

**GEZIELTE ERZEUGUNG  
MIKROSKOPISCHER SCHÄDIGUNGSARTEN  
VON FASERVERBUNDWERKSTOFFEN  
IN KOMBINATION MIT SCHALLEMISSIONSANALYSE**

**DISSERTATION**

ZUR ERLANGUNG DES AKADEMISCHEN GRADES  
DR. RER. NAT.  
EINGEREICHT AN DER  
MATHEMATISCH-NATURWISSENSCHAFTLICH-TECHNISCHEN FAKULTÄT  
DER UNIVERSITÄT AUGSBURG

VORGELEGT VON  
**STEFAN RICHLER**

AUGSBURG, NOVEMBER 2015

UNIVERSITÄT AUGSBURG  
INSTITUT FÜR PHYSIK  
LEHRSTUHL FÜR EXPERIMENTALPHYSIK II



ERSTGUTACHTER: PROF. DR. S. HORN  
ZWEITGUTACHTER: PROF. DR. F. HAIDER

TAG DER MÜNDLICHEN PRÜFUNG: 08. FEBRUAR 2016

# INHALTSVERZEICHNIS

<b>1. MOTIVATION .....</b>	<b>1</b>
<b>2. THEORETISCHE GRUNDLAGEN.....</b>	<b>5</b>
2.1 Kohlenstofffaserverstärkte Kunststoffe .....	5
2.1.1 Kohlenstofffaser .....	5
2.1.2 Epoxidharze .....	9
2.1.3 Interphase .....	15
2.2 Schädigungen in Faserverbundwerkstoffen .....	21
2.3 Mikromechanische Prüfmethoden .....	23
2.3.1 Einzelfaser-Pull-Out-Versuch .....	28
2.3.2 Einzelfaserfragmentierungstest .....	29
2.3.3 Einzelfaser-Push-Out-Versuch .....	32
2.4 Schallemissionsanalyse .....	33
2.4.1 Schallemissionsquellen .....	34
2.4.2 Wellenformen und Wellenausbreitung .....	36
2.4.3 Aufzeichnung und Analyse akustischer Signale .....	42
2.4.4 Grenzen der Messtechnik .....	46
2.4.5 Lokalisierung auftretender Schadensmechanismen .....	48
2.4.6 Mustererkennungsverfahren.....	51
2.4.7 Zeit-Frequenz-Analyse .....	55
2.4.8 Schallemission an Modellverbunden .....	58
<b>3. EXPERIMENTELLES .....</b>	<b>61</b>
3.1 Aufbau einer mikromechanischen Prüfvorrichtung .....	61
3.1.1 Probenpräparation für verschiedene Schadensmechanismen ...	64
3.1.2 Entwicklung und Erschließung essentieller Kriterien des Messaufbaus.....	68
3.2 Einzelfaserfragmentierung .....	76
3.2.1 Probenherstellung .....	76
3.2.2 Versuchsdurchführung .....	78
3.2.3 Auswertungsansätze .....	81

<b>4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION.....</b>	<b>85</b>
4.1 Diskussion der einzelnen Schadensmechanismen .....	85
4.1.1 Mikromechanische Prüfvorrichtung.....	85
4.1.2 Einzelfaserfragmentierung.....	100
4.2 Variation der Faser-Matrix-Anbindung mittels Entschlichtung .....	106
4.3 Variation der Härtegrade des Epoxidharzes .....	113
4.4 Abhängigkeit der Schallemissionsamplitude von der mechanischen Kraft.....	120
<b>5. ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK.....</b>	<b>125</b>
<b>LITERATURVERZEICHNIS .....</b>	<b>129</b>
<b>DANKSAGUNG.....</b>	<b>139</b>
<b>ZUR PERSON .....</b>	<b>141</b>



# 1. MOTIVATION

Durch die Auswirkungen des Klimawandels und die immer teurer und knapper werdenden natürlichen Rohstoffe rückt die Entwicklung verbesserter Systeme bezüglich der Ressourcen- und Energieeffizienz in den Fokus der produzierenden Unternehmen. Die Herausforderung besteht in einer effizienten und nachhaltigen Herstellung von Bauteilen bei gleichzeitiger Berücksichtigung der Anforderungen an deren Qualität und vor allem deren Leistungsfähigkeit. Angesichts dieser Notwendigkeit muss die Entwicklung innovativer Werkstoffe vorangetrieben werden, die speziell auf das jeweilige Einsatzgebiet anwendungsorientiert abgestimmt sein müssen. Innovative Leichtbaukonzepte auf der Basis von Faserverbundwerkstoffen, insbesondere kohlenstofffaserverstärkte Kunststoffe (CFK), gewährleisten eine Einsparung von Energie und Ressourcen während der Produktnutzung und sind daher in den unterschiedlichsten Branchen zunehmend von Bedeutung. [1]

Hauptanwendungsbereich der Materialklasse CFK ist der Bereich der Verkehrsmittel, da hier ein starker Beitrag zu einer umweltfreundlichen und ressourcenschonenden Mobilität geleistet werden kann. Im Flugzeugbau beispielsweise besteht der neue Airbus A350 XWB und auch die neue Boeing 787 zu mehr als 50 % aus CFK-Bauteilen. Leichtbaukomponenten gewinnen auch in der Automobilindustrie hinsichtlich der CO<sub>2</sub>-Emissionen und der Einführung und Entwicklung der Elektromobilität zunehmend an Bedeutung. Da die Kapazitäten der verwendeten schweren Energiespeicher stark limitiert sind, muss für die Realisierung von größeren Reichweiten und akzeptablen Fahreigenschaften das Fahrzeuggewicht weiter minimiert werden. Außerdem sind CFK-Bauteile unproblematisch hinsichtlich der Korrosion und haben sehr gute schwingungsdämpfende Eigenschaften. [2, 3]

CFK-Bauteile sind auch in der Windkraftindustrie von großem Interesse. Sie stellen auch zukünftig einen großen Wachstumsmarkt dar, da die Kapazität der Windkraft-Anlagen ausgebaut werden soll, indem die Länge und Festigkeit der eingesetzten Rotorblätter weiter erhöht wird [2].

Die Produktion von CFK-Elementen ist jedoch teuer, da die einzelnen Arbeitsschritte sehr aufwendig und in der Fertigung oft Handarbeitsschritte integriert sind. Eine große Verbesserung der CFK-Herstellungsprozesse im Bereich der Forschung und auch der

Materialverfügbarkeit bedeuten einen erheblichen Fortschritt in Richtung einer wirtschaftlicheren Umsetzung.

Im technischen Einsatz werden in CFK-Bauteilen erhebliche Materialpuffer eingebaut, was dem enormen Leichtbaupotential entgegenwirkt. Dies ist dem komplexen Versagensverhalten von CFK geschuldet, da bei mechanischer Belastung bereits vor dem makroskopischen Versagen des Bauteils zahlreiche unterschiedliche Schadensmechanismen mikroskopischer Größenordnung auftreten. Die Initialisierung einer einzelnen Schädigung verursacht durch eine ruckartige Entspannung des Materials ein Schwingen der auftretenden Rissflächen. Hierdurch kommt es zur Entstehung und Abstrahlungen von elastischen Wellen, die sich im Material ausbreiten und mit Hilfe piezoelektrischer Sensoren erfasst werden können [4]. Die sogenannte Schallemission ist für jeden Schadensmechanismus charakteristisch, so dass typische Schadensmechanismen wie Faserbruch, Faser-Matrix-Debonding oder Matrixriss identifiziert werden können [5-10]. Die Schallemissionsanalyse als Untersuchungsmethode bietet weitere Vorteile: die Messung erfolgt direkt während der Beanspruchung, der Schädigungsablauf wird im gesamten Probenvolumen erfasst und es ist eine Lokalisierung der einzelnen Schadensmechanismen möglich.

Im Fall der mechanischen Beanspruchung von Faserverbundwerkstoffen werden die Kräfte in die Matrix eingeleitet und über die Faser-Matrix-Grenzfläche auf die Fasern übertragen. Neben den verwendeten Einzelkomponenten werden die Materialeigenschaften vor allem durch die sich zwischen Faser und Matrix ausbildende Interphase bestimmt, was bei der Optimierung der Werkstoffparameter berücksichtigt werden muss [11]. Die Interphase kann mit Hilfe von mikromechanischen Prüfmethoden analysiert werden. Dabei wird die Anbindung einer einzelnen Faser an das Matrixmaterial untersucht, so dass die Eigenschaften des Faserverbundwerkstoffes auf mikroskopischer Ebene beurteilt werden können und eine Abschätzung bezüglich makroskopischer Bauteile getroffen werden kann.

Geeignete Prüfmethoden für die mikromechanische Charakterisierung der Faser-Matrix-Grenzflächeneigenschaften stellen der Einzelfaser-Pull-Out-Test und der Einzelfaserfragmentierungstest dar [12]. Beim Einzelfaser-Pull-Out-Test wird eine einzelne Faser in einen flüssigen Matrixtropfen eingeführt. Der Einzelfaser-Modellverbund wird ausgehärtet und mit einer zunehmenden Zugkraft in axialer Richtung belastet. Dies führt zu einem Ablösen der Faser an der Faser-Matrix-Grenzfläche und einer axialen Bewegung der Faser aus dem Matrixmaterial (Pull-Out). Beim Einzelfaserfragmentierungstest wird eine einzelne Faser axialsymmetrisch in eine reine Polymermatrix mit knochenförmiger Geometrie eingebettet. Auch hier wird der gesamte Einzelfaser-Modellverbund einer zunehmenden Zugbeanspruchung ausgesetzt, wodurch Schubkräfte in der Faser entstehen. Wird die Festigkeit der Faser überschritten, so bricht die-

---

se so lange, bis eine Sättigung an Fragmenten durch Erreichen einer kritischen Faserlänge eintritt. Die bestehenden Auswerteverfahren für die mikromechanischen Tests hinsichtlich mechanischer Parameter basieren auf vereinfachenden Annahmen bezüglich der komplexen Spannungsverteilung entlang der Faser-Matrix-Grenzfläche. Unter Verwendung der Schallemissionsanalyse wird auf die Verwendung dieser theoretischen Annahmen verzichtet.

### **Ziele der Arbeit**

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wird der Aufbau einer mikromechanischen Prüfvorrichtung (MP) vorgestellt, mit der verschiedene mikroskopische Schadensmechanismen von CFK-Materialien gezielt einzeln erzeugt werden und mit Hilfe der Schallemissionsanalyse ausgewertet werden. Der Ansatz ermöglicht die Erzeugung eines Faserbruchs, eines Faserauszugs (samt Faser-Matrix-Debonding) sowie eines Matrixrisses. Die aufgezeichneten Schallemissionssignale der unterschiedlichen Schadensmechanismen werden erstmals als Volumenwellen detektiert und deren reflexionsfreier Teil im Zeit- und Frequenzraum auf Gemeinsamkeiten und Unterschiede hin untersucht. Außerdem können die einzelnen Schädigungsarten optisch (Licht- und Rasterelektronenmikroskopie) und anhand ihrer Kraft-Weg-Signale charakterisiert werden. Im Rahmen dieser Arbeit wird eine Kohlenstofffaser/Epoxidharz-Kombination angewendet. Die mikromechanischen Eigenschaften der Faser-Matrix-Grenzfläche können durch die Variation der Oberflächenbehandlung der Kohlenstofffaser und des Aushärtezyklus des Epoxidharzes gezielt verändert und mit Hilfe von Einzelfaserauszugstests interpretiert werden.

Ein weiterer wesentlicher Bestandteil der Arbeit ist die Entwicklung und Umsetzung des Einzelfaserfragmentierungstests, ebenfalls gestützt durch die Schallemissionsanalyse. Die verschiedenen Schadensmechanismen sollen anhand ihrer charakteristischen Gemeinsamkeiten analog zu bereits durchgeführten makroskopischen Prüfungen [13, 14] lokalisiert und identifiziert werden. Dabei ist es möglich, den Einfluss der Aushärtetemperatur des Epoxidharzes auf die thermischen Spannungen der eingebetteten Kohlenstofffaser und die Folge für den Ablauf des Einzelfaserfragmentierungstests darzustellen.

Kapitel 2 liefert eine kurze Beschreibung der Komponenten von CFK, erläutert die im Material möglichen Schadensmechanismen und die mikromechanischen Prüfmethoden. Außerdem erfolgt ein detaillierter Einblick in die theoretischen Konzepte der Schallemissionsanalyse. Kapitel 3 beschreibt die Entwicklung der mikromechanischen Prüfvorrichtung und -methoden, die jeweilige Probenpräparation und Durchführung der Messungen, deren Ergebnisse samt Diskussion in Kapitel 4 zu finden sind. Abschließend folgen in Kapitel 5 eine Zusammenfassung der Ergebnisse sowie ein Ausblick hinsichtlich weiterer Untersuchungsmöglichkeiten, die auf dieser Arbeit aufbauen.



## **2. THEORETISCHE GRUNDLAGEN**

In diesem Kapitel werden die zum Verständnis dieser Arbeit notwendigen theoretischen Grundlagen behandelt. Kapitel 2.1 beschreibt die Komponenten von CFK. Zum einen wird in Kapitel 2.1.1 die Kohlenstofffaser vorgestellt. Neben dem Herstellungsprozess wird vor allem auf die gängigen Methoden zur Oberflächenmodifizierung eingegangen. Darauf folgt eine Einführung in die Epoxidharze (Kapitel 2.1.2). Am Beispiel des verwendeten RTM6-Matrixsystems wird das Aushärteverhalten von duromeren Harzkomponenten erläutert. Es werden die morphologischen Zustände bei einer isothermen Aushärtetemperatur beschrieben. Des Weiteren wird der vorliegende Reaktionsprozess in Abhängigkeit vom Härtegrad und der damit verbundenen Glasübergangstemperatur dargestellt. Kapitel 2.1.3 beschäftigt sich mit der Faser-Matrix-Grenzfläche, wie sie sich ausbildet, und entscheidend verändern lässt.

Das Versagensverhalten von Faserverbundwerkstoffen, insbesondere die im Material auftretenden Schadensmechanismen, wird in Kapitel 2.2 beschrieben.

In Kapitel 2.3 werden die Einzelfaser-Prüfmethoden vorgestellt, mit denen mikromechanisch verschiedene Schadensmechanismen erzeugt werden können, und die eine Untersuchung der Interphase des Systems ermöglichen.

Abschließend werden in Kapitel 2.4 zentrale Aspekte der Schallemissionsanalyse betrachtet. Die weitere Unterteilung des Kapitels wird direkt vor der Beschreibung der Analysemethode aufgezeigt.

### **2.1 Kohlenstofffaserverstärkte Kunststoffe**

#### **2.1.1 Kohlenstofffaser**

Bereits Ende des 19. Jahrhunderts verwendeten Edison und Swann Kohlenstofffasern (C-Fasern) aus schnellwachsenden tropischen Pflanzen, wie z.B. pyrolisierten Bambus, als Glühfaden in ersten Glühlampen. Der Durchbruch zur kommerziellen Herstellung und Nutzung als Verstärkungsmaterial in Polymeren gelang erst in den 70er Jahren des 20. Jahrhunderts durch die amerikanische Firma „Union Carbide Corporate“, welche C-Fasern aus regenerierter Cellulose herstellte. Wegen der sehr hohen Steifig-

keit und Festigkeit (bis 6000 MPa) bei einer vergleichsweise geringen Dichte ( $\rho = 1,8 \text{ g/cm}^3$ ), erweisen sich C-Fasern als herausragende Verstärkungskomponente in Faserverbundwerkstoffen. Sie sind schwarz, glänzend, und besitzen einen Durchmesser im Bereich von 5 - 10  $\mu\text{m}$  [15].

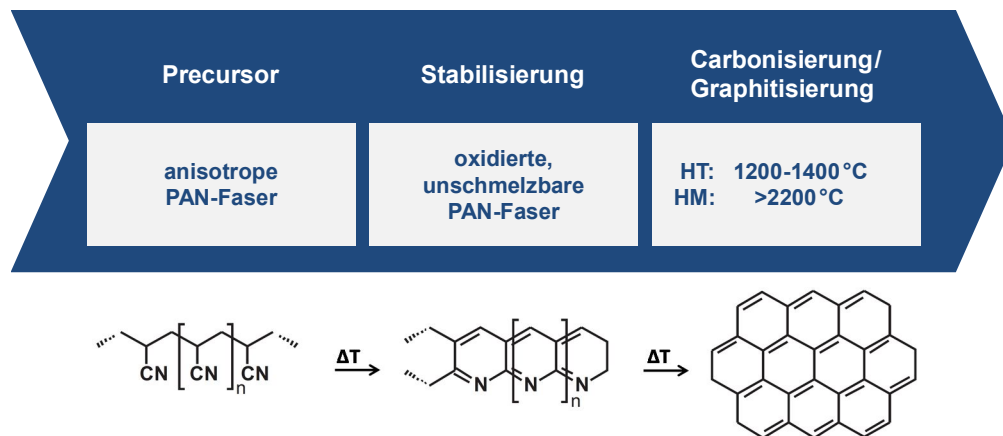
Ihr Hauptbestandteil ist Kohlenstoff (über 92 %), wobei isotrope C-Fasern mit unstrukturierter Kohlenstoffstruktur sowie anisotrope C-Fasern mit sehr hohem graphitischem Anteil entstehen können. Der Aufbau der Graphitstruktur bestimmt die Anisotropie des Graphits und der daraus resultierenden C-Fasern. Während entlang der Graphitschichten starke kovalente Bindungen herrschen (Bindungsenergie: 4,3 eV), wirken zwischen den einzelnen Schichten lediglich schwache van-der-Waals-Kräfte (Bindungsenergie: 0,07 eV). Die theoretischen mechanischen Eigenschaften der Graphitstruktur liegen in der Schichtebene über denen von Diamant, bezogen auf den Elastizitätsmodul hat Graphit sogar den höchsten Wert aller bekannten Materialien. Viele Eigenschaften der C-Fasern lassen sich mit der vorliegenden Anisotropie begründen. Während sie in Zugrichtung hohen Belastungen ausgesetzt werden können, reagieren die C-Fasern auf Druck- und Scherspannungen sehr sensibel. Auch der thermische Ausdehnungskoeffizient wird beeinflusst, indem er in Faserrichtung sehr geringe oder auch negative Werte annimmt.

Die Packungsdichte der Graphitstrukturen ist in den C-Fasern nicht ideal, so dass neben aromatischen 6-Ringen auch 5- und 7-Ringe vorliegen [16]. Verschiedene Ansätze und Modelle beschreiben die Schichten als gebogen oder gewellt.

### **Herstellung und Oberflächenmodifikation**

Eine Beschreibung des Herstellungsprozesses von C-Fasern ist in [17] detailliert dargestellt. Es gibt verschiedene Typen von C-Fasern, wobei sich neben Cellulose und Pech vor allem Polyacrylnitril (PAN) als Ausgangsmaterial bzw. sogenannter Precursor etabliert hat. Sie entstehen durch Pyrolyse organischer, hochmolekularer Ausgangsmaterialien unter Schutzatmosphäre.

Der Herstellungsprozess einer C-Faser mit PAN als Ausgangsmaterial ist in Abbildung 2 - 1 dargestellt. PAN ist ein ataktisches, lineares Molekül mit Nitrilgruppen. Zunächst werden die PAN-Fasern zur Vororientierung verstreckt und bei Temperaturen von 250 - 300 °C thermisch stabilisiert. Neben der Zyklisierung der Nitrilgruppen benachbarter PAN-Ketten kommt es auch zur oxidativen Dehydrierung der Kohlenstoff-Ketten. Die Vernetzung des Moleküls bringt eine Formstabilität mit sich und macht es unschmelzbar. [17]



**Abbildung 2 - 1:** Herstellungsprozess einer C-Faser mit Polyacrylnitril als Precursor

Anschließend werden die C-Fasern bei 1300 - 1500 °C unter inerten Bedingungen carbonisiert. Die cyclisierten PAN-Ketten bilden unter Abspaltung gasförmiger Stickstoffverbindungen molekulare Bänder und Flächen mit graphitartigen Strukturen. Die Schichten orientieren sich in Faserrichtung, wobei der Kohlenstoffanteil mit zunehmender Carbonisierungstemperatur zunimmt.

Der weitere Schritt der Graphitisierung (2000 - 3000 °C) erhöht den graphitartigen Anteil der C-Fasern, indem weiterer Stickstoff abgegeben wird. Der Graphitisierungsgrad und damit der strukturelle Aufbau sind von der Prozesstemperatur und -dauer abhängig und bestimmen die mechanischen Eigenschaften des Materials [18]. High Modulus (HM) Fasern besitzen im Vergleich zu High Tenacity (HT) Fasern durch einen höheren Graphitisierungsgrad eine erhöhte Steifigkeit bei abnehmender Zugfestigkeit und Dehnbarkeit entlang der C-Faser [15, 18]. Der Prozessschritt ist aufgrund der hohen Temperaturen sehr energieaufwendig, so dass HM-Fasern sehr viel teurer als HT-Fasern sind.

Im industriellen Gebrauch werden die C-Fasern einer oder mehreren Oberflächenvorbehandlungen unterzogen. Eine oxidative Behandlung der Faseroberfläche bewirkt das Abtragen von schwächeren Schichten. Außerdem werden die chemisch inert vorliegenden Kohlenstoffstrukturen aufgebrochen und mit Sauerstoff abgesättigt, so dass die Oberfläche durch reaktive Gruppen aktiviert wird [18-21]. Alternativ kann man auch die zur Verfügung stehende Oberfläche erhöhen, indem die Oberfläche aufgeraut oder weitere gasförmige Edukte an der Oberfläche angereichert werden (z.B. durch chemische Gasphasenabscheidung).

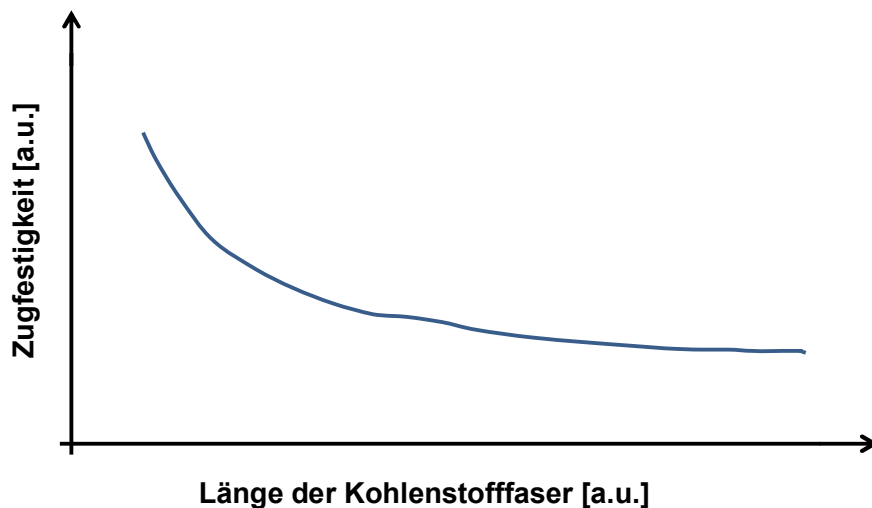
Nach der Oberflächenmodifikation werden die C-Fasern mit einer Schichte aus wässriger Polymer-Lösung imprägniert. Dies macht die C-Fasern geschmeidiger und widerstandsfähiger für die weitere Verarbeitung innerhalb der Prozesskette, bei denen die C-Faser stark beansprucht wird. Außerdem kann die Faseranbindung an die Matrix ent-

sprechend beeinflusst werden. So fungiert die Schlichte bei duromeren Harzsystemen als Haftvermittler und wird kompatibel zur Polymermatrix gewählt.

Beide Behandlungen führen dazu, dass die Matrix hauptsächlich über kovalente Bindungen und Wasserstoffbrückenbindungen an die Faseroberfläche gebunden werden kann, was eine starke Festigkeitserhöhung der Faser-Matrix-Grenzfläche mit sich bringt (siehe Kapitel 2.1.3).

### Abhängigkeit der Zugfestigkeit von der Prüflänge

Die Zugfestigkeit eines Werkstoffes bzw. der C-Fasern als verstärkende Komponente leistet einen wichtigen Beitrag zum mechanischen Verhalten des Bauteils. Bei der Zugprüfung von Einzelfasern stellt man fest, dass die Zugfestigkeit der C-Faser von der Prüflänge, d.h. der freien Faserlänge zwischen den Klemmvorrichtungen, abhängig ist.



**Abbildung 2 - 2:** Abhängigkeit der Faser-Zugfestigkeit von der freien Faserlänge (nach [22])  
(a.u.: Abk. arbitrary units, willkürliche Einheit)

Das Verhalten aus Abbildung 2 - 2 lässt sich mit dem sogenannten Volumeneffekt erklären. Dieser Effekt besagt, dass eine Volumenzunahme des zu prüfenden Materials zu einer wachsenden Fehlstellendichte führt. Das Volumen besteht gemäß einer Annahme des „Weakest-Link-Modells“ aus einzelnen Volumenelementen, deren Festigkeiten durch einen kritischen Defekt begrenzt sind. Erfährt ein Volumenelement des Prüfkörpers ein instabiles Risswachstum, so versagt der Prüfkörper komplett. Die Festigkeit der gesamten Kette wird demnach durch das schwächste Glied bestimmt. Neben der Anzahl an Volumeneinheiten ist die Bruchwahrscheinlichkeit von der Höhe der lokal wirkenden Spannung und auch der Festigkeitsstreuung innerhalb der einzelnen Glieder abhängig. Im Fall der Zugbelastung einer einzelnen C-Faser führt die Erhöhung der freien Faserlänge zu einer Abnahme der maximalen Festigkeit. Die Wahr-



scheinlichkeit von Defekten in der Mikrostruktur der C-Faser vergrößert sich mit zunehmender Prüflänge, was zu einem früheren Versagen der C-Faser führt. [23]

### 2.1.2 Epoxidharze

Im Bereich der industriellen Fertigung von Faserverbundwerkstoffen haben sich Kunststoffe fest etabliert. Epoxidharze sind die meist verwendeten Matrixpolymere und gehören neben weiteren Gruppen, wie z.B. Phenoplasten, Aminoplasten, Polyurethane oder auch ungesättigte Polyester, zum Bereich der Duroplasten [24]. Im Vergleich zu anderen Polymeren zeichnen sie sich durch sehr gute Eigenschaften aus:

- sehr gute mechanische Eigenschaften (hoher Elastizitätsmodul und Festigkeit)
- chemische Beständigkeit und thermische Stabilität
- geringe Bruchzähigkeit
- gute Haftung am Großteil der Verstärkungsfasern
- kostengünstig
- geringes Schrumpfungsverhalten (< 5 %) während der Vernetzungsreaktion

Das Epoxidharz ist aus niedermolekularen Monomeren aufgebaut, die nach Aushärte- und Vernetzungsreaktionen einen endgültigen Werkstoff mit hoher Netzwerkdicke formen. Dabei wird das Reaktionsharz mit Hilfe eines Härters und gegebenenfalls weiteren Zusatzstoffen zu einem chemisch vernetzten, engmaschigen Makromolekül umgesetzt. Nach dem Reaktionsprozess kann das Harz thermisch nicht mehr umgeformt werden, so dass die Einarbeitung der C-Fasern und auch die Formgebung vor dem Aushärten durchgeführt werden müssen.

Epoxidharze gehören zur Gruppe der Polyadditionsharze. Dies ist für den technischen Gebrauch von Vorteil, da durch Kondensationsreaktionen vernetzte Duroplaste (wie z.B. Phenoplaste) niedermolekulare Nebenprodukte freisetzen, die kontinuierlich abgeführt werden müssen. Folglich wird der Aushärtevorgang von Epoxidharzen nicht aus thermodynamischen Gründen (Prinzip von LeChatelier) abgebrochen und es können hohe Vernetzungsgrade realisiert werden. Die Reaktion verläuft stark exotherm, wodurch Bauteile mit großen Waddicken einer starken lokalen Überhitzung ausgesetzt sind und damit thermisch geschädigt werden können.

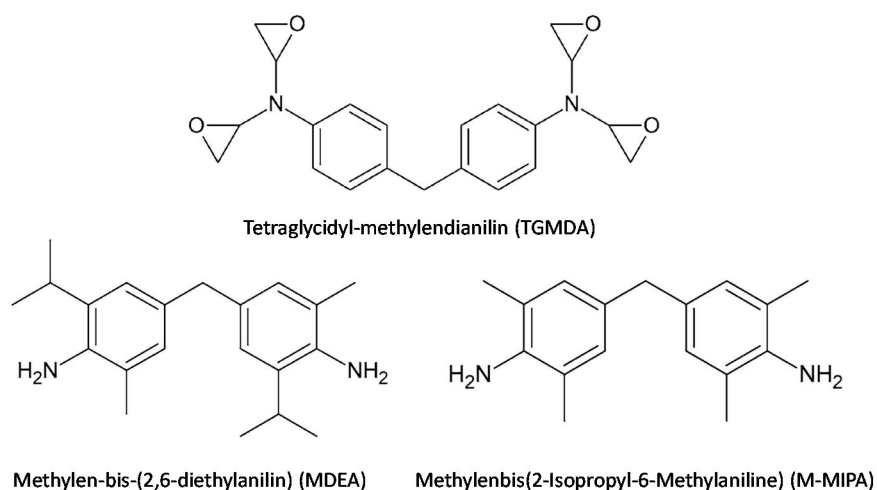
Wesentlicher Bestandteil eines Epoxids ist ein Dreiring mit Sauerstoff, der aufgrund eines ungünstigen Bindungswinkels gegenüber nucleophilen Atomen sehr reaktiv ist. Das Harz reagiert mit dem Härter zu einem aromatischen Amin, wobei das Aushärten und auch die Zusammensetzung das bruchmechanische Verhalten des Harzes bestimmen. Das Epoxidharz-Härter-Verhältnis muss sehr akribisch eingestellt werden, da überschüssige Moleküle einer Komponente sonst nicht an der Vernetzung teilnehmen und dadurch die thermischen und mechanischen Eigenschaften des Faserverbundwerkstoffes beeinträchtigen können. [25]

### RTM6-Epoxidharzsystem

In dieser Arbeit wurden alle Untersuchungen im Wesentlichen mit dem Epoxidharz HexFlow® RTM6 der Firma Hexcel Composites durchgeführt [26]. Das Material findet in der Luft- und Raumfahrt Verwendung. Des Weiteren gab es innerhalb der Arbeitsgruppe bereits vielseitige Untersuchungen an dem RTM6-Harzsystem.

RTM6 ist ein heißhärtendes, tetrafunktionales 1-Komponenten-Epoxidsystem. Epoxid und Amin liegen bereits gemischt und entgast vor, so dass ein großer Vorteil in der sofortigen Einsetzbarkeit liegt. Um eine bereits bei Raumtemperatur ablaufende Reaktion zu verhindern, muss es gekühlt bei  $-20^{\circ}\text{C}$  gelagert werden. Bei Raumtemperatur ist das ungehärtete Harz eine transparente, zähflüssige Masse, die beim Erwärmen schnell niedrigviskos und damit für die in der Luftfahrt gebräuchlichen Injektionsverfahren verwendbar wird.

Das RTM6 ist aus der Epoxidkomponente Tetraglycidyl-methylendianilin (TGMDA) sowie den beiden aromatischen Aminhärtern Methylen-bis-(2,6-diethylanilin) (MDEA) und Methylenbis(2-Isopropyl-6-Methylaniline) (M-MIPA) zusammengesetzt (siehe Abbildung 2 - 3):



**Abbildung 2 - 3:** Einzelkomponenten des Epoxidharzes RTM6

Die Zusammensetzung wird mit 30-60 % des Epoxids sowie 10-40 % eines jeden Härters angegeben. Bei dem Aushärtprozess entstehen durch Reaktionen des Epoxids mit dem primären Amin sekundäre Aminogruppen. Diese verbinden sich mit weiteren Epoxidgruppen zu einem makromolekularen Netzwerk. [27]

Das Resin Transfer Molding (RTM) Verfahren hat sich als Injektionsverfahren für flächige Bauteile aus einem Faserverbundwerkstoff etabliert. Zunächst wird das vorbereitete Verstärkungsmaterial in Form von trockenen Fasergeweben in einem massiven Formwerkzeug ausgelegt. Das vorgewärmte Harzsystem wird unter Druck in die Kavität des Werkzeugs eingespritzt, so dass das Fasermaterial vollständig umgeben und benetzt wird. Das Polymer härtet unter Druck und Temperatur zu einem duromeren

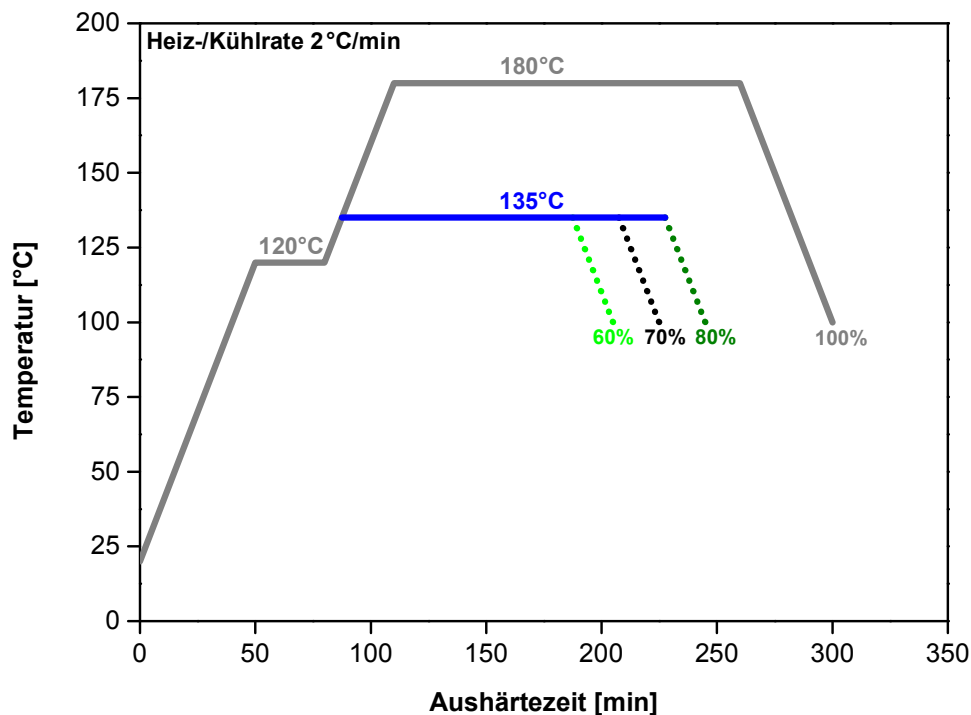
Kunststoff aus. Das Verfahren zeichnet sich durch eine hohe Prozesssicherheit und Reproduzierbarkeit aus. Ebenso lassen sich Bauteile mit einem hohen Faservolumengehalt (50 % und mehr) realisieren. [17]

Essentiell ist vor allem ein Druckunterschied zwischen dem Harzvorrat und dem Formwerkzeug. Die Viskosität des Matrixsystems und die Permeabilität des Fasermaterials beeinflussen die Fließwege des Harzes. Erhöht man die Temperatur und verringert damit die Viskosität des Harzsystems, so konkurriert das verbesserte Fließverhalten mit einer beschleunigten Vernetzungsgeschwindigkeit.

In Bezug auf sehr kleine Komponenten wird das RTM-Verfahren gegenüber der Prepreg-Verarbeitung bevorzugt. Eine geringe Komplexität der Bauteile ist jedoch Voraussetzung für einen automatisierten Herstellungsprozess, wie er derzeit lediglich in der Automobilindustrie zu realisieren ist. Das RTM6 stellt durch seine lange Aushärtezeit eine große Herausforderung für eine Serienproduktion dar. Der Standardaushärtezyklus des Datenblattes empfiehlt für ein vollständiges Aushärten des Harzes eine Dauer von mindestens 90 min bei einer Temperatur von 180 °C. Der Zyklus enthält jedoch einen großen Sicherheitspuffer. Die dynamische Differenzkalorimetrie zeigt, dass das RTM6 bei einer Temperatur von 180 °C bereits nach 45 min vollständig ausgehärtet ist. Jedoch werden dabei Proben mit einer sehr geringen Füllmenge (10 - 15 mg) untersucht, während die Temperaturverteilung bei großen Bauteilen nur als sehr inhomogen betrachtet werden kann.

### **Aushärteverhalten des RTM6-Epoxidharzsystems**

Bereits vor dieser Arbeit wurden innerhalb der Forschungsgruppe an der Universität Augsburg Untersuchungen und mechanische Tests an reinen Polymerproben sowie CFK-Proben mit RTM6 als Matrixkomponente durchgeführt. Neben einem vollständigen Aushärten waren auch modifizierte Aushärtezyklen zur Realisierung teilausgehärteter Proben von großem Interesse [28]. Die in dieser Arbeit verwendeten Aushärtezyklen orientieren sich an Ergebnissen dieser Untersuchungen und sind in Abbildung 2 - 4 schematisch dargestellt.



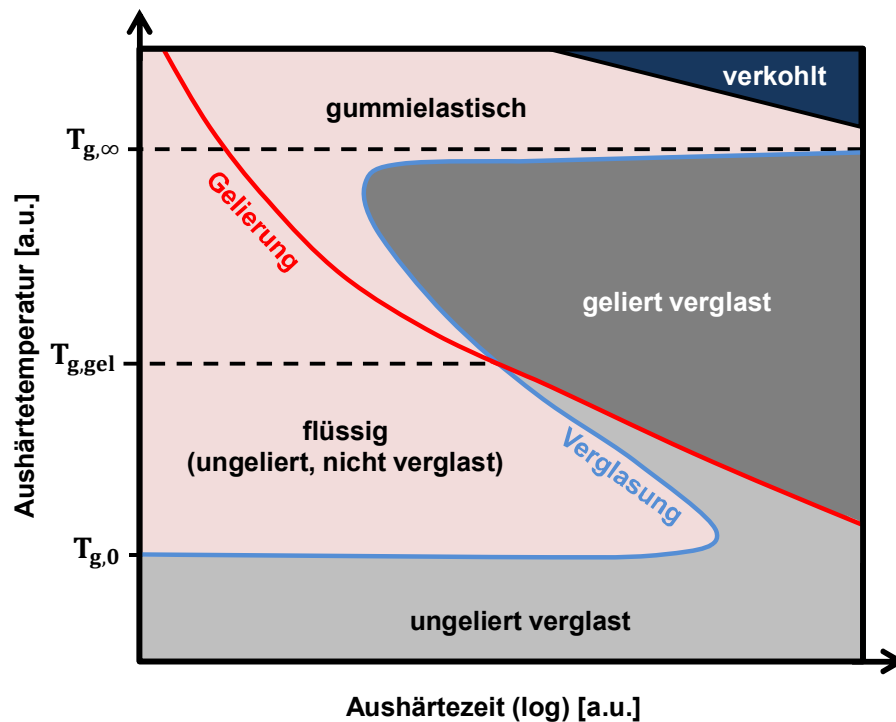
**Abbildung 2 - 4:** Schematische Darstellung der verwendeten RTM6-Aushärtezyklen für voll- (100 %) und teilausgehärtete (60 %, 70 %, 80 %) Systeme

Die Heiz- und Abkühlraten sind mit  $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$  definiert, wobei auf eine aktive Kühlung der Epoxidharzproben verzichtet wird. Alle Aushärtezyklen starten mit einer sogenannten Infiltration (30 min bei einer Temperatur von  $120^{\circ}\text{C}$ ), bei der in Anlehnung an die Herstellung des Faserverbundwerkstoffes das trockene Fasergewebe mit dem flüssigen Polymer vollständig benetzt wird. Anschließend wird das RTM6 2,5 h bei der Standardtemperatur von  $180^{\circ}\text{C}$  ausgehärtet. Das RTM6 liegt danach vollständig vernetzt vor, wobei in Übereinstimmung mit der Literatur lediglich maximale Aushärtegrade von 95 % erreicht werden können. Bei den Teilaushärtegraden (60 % - 80 %) folgt der Infiltration ein isothermes Aushärten bei einer reduzierten Temperatur von  $135^{\circ}\text{C}$ . Dies gewährleistet unter den Teilaushärtegraden vergleichbare chemische Reaktionen, wobei die unterschiedlichen Härtegrade durch eine bloße Variation der Aushärtezeit erreicht werden. [28]

Die isotherme Härtingsreaktion eines Epoxidharzes stellt einen sehr komplexen Vorgang dar. Neben den chemischen Aushärtereaktionen finden auch physikalische Prozesse wie das Gelieren oder die Verglasung statt, wodurch die physikalischen Eigenschaften des Matrixsystems auf makroskopischer Skala variieren [29].

Das Aushärteverhalten von Polymeren kann mit Hilfe von schematischen TTT-Diagrammen (engl.: Time Temperature Transformation) beschrieben werden, welche von Gillham et al. für Polymersysteme entwickelt wurden [29, 30]. In diesen Diagrammen ist die Aushärtetemperatur gegen den Logarithmus der Aushärtezeit aufgetragen

(siehe Abbildung 2 - 5). Eine horizontale Linie im Diagramm stellt einen isothermen Aushärteprozess bei entsprechender Temperatur dar. Letztlich wird das Diagramm verwendet, um die morphologischen Zustände des jeweiligen Harzsystems während dem Aushärtezyklus zu verfolgen.



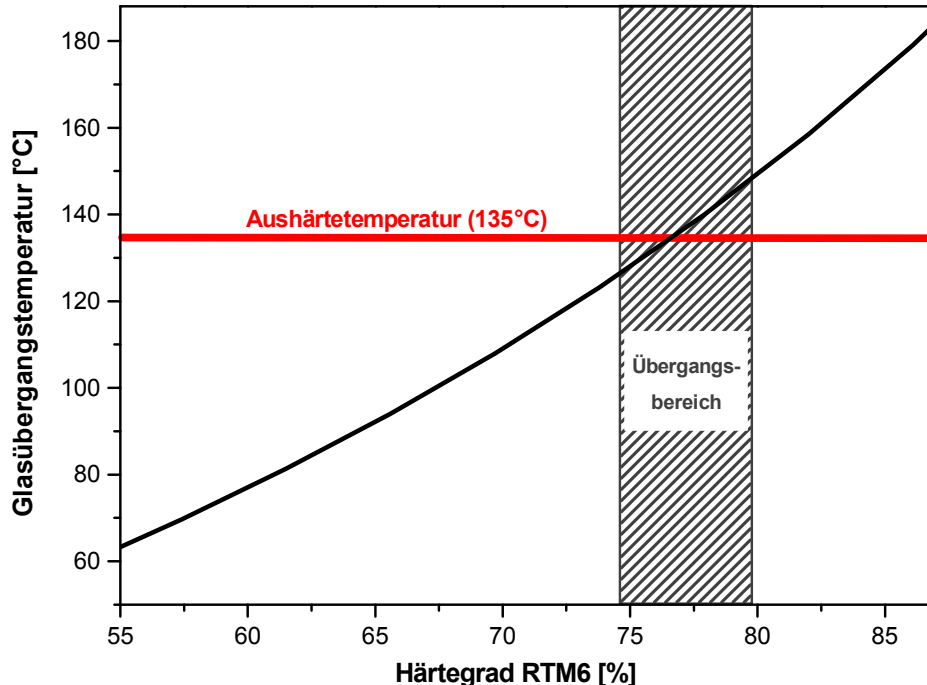
**Abbildung 2 - 5:** Schematische Darstellung des TTT-Diagramms (nach [29])

Das Gelieren beschreibt die irreversible Umwandlung des Harzsystems von einer viskosen Flüssigkeit zum elastischen Gel. Dabei verdichtet sich in der ersten Reaktionsstufe das dreidimensionale Netzwerk [31]. Das Gelierungsverhalten wird durch die Funktionalität des Epoxidharzes und die Stöchiometrie der beteiligten Komponenten bestimmt, während die Aushärtetemperatur keinen weiteren Einfluss hat. Durch die Vernetzung erhöht sich neben dem Modul auch die Viskosität, was einem weiteren Fließen bzw. einer weiteren Verarbeitung des Polymers entgegenwirkt.

Der weitere Übergang zum Festkörper wird als Verglasung bezeichnet. In Abhängigkeit von der Vernetzungsdichte und den daraus resultierenden Freiheitsgraden der Moleküle kann die Glasübergangstemperatur stark variieren. Dabei benötigt ein hochvernetztes Netzwerk mehr Energie, um großflächige Molekularbewegungen zu gewährleisten. Die Aushärtetemperatur muss generell so gewählt werden, dass die Glasübergangstemperatur des unreaktierten Harzsystems  $T_{g,0}$  übertroffen wird. Bleibt dies aus, so können die funktionellen Gruppen des Harzsystems nicht miteinander reagieren, gefolgt von einem ungeliierten glasartigen Zustand (siehe Abbildung 2 - 5).  $T_{g,0}$  definiert damit auch die nötige Lagerungstemperatur des noch nicht reagierten Polymers.

Liegt die Temperatur zwischen  $T_{g,0}$  und  $T_{g,gel}$ , so kann der flüssige Zustand des Polymers lediglich nach einer ausreichenden Aushärtezeit direkt in einen ungelierten Glaszustand übergehen. Ist die Aushärtetemperatur mit  $T_{g,gel}$  völlig identisch, so treten Gelierung und Verglasung nebeneinander auf. Überschreitet man die Glasübergangstemperatur des Gels ( $T_{g,gel}$ ), so kommt es zu einer starken Vernetzung und damit einem weitgehenden Aushärten. Das zunächst flüssige Matrixsystem härtet über einen gummielastischen Zustand zu einem gelierten glasartigen Polymer aus. Die Freiheitsgrade der Moleküle sind durch die Vernetzung so stark behindert, dass das ausgehärtete Harz nicht mehr lösbar ist. Man orientiert sich an der s-förmigen Verglasungskurve (siehe Abbildung 2 - 5), um Faserverbundwerkstoffe mit hoher Festigkeit herzustellen. Die Zeit, in der das System im gelartigen Zustand ist, kann durch eine Steigerung der Aushärtetemperatur nicht beliebig erhöht werden. Wird das Matrixsystem Temperaturen über  $T_{g,\infty}$  (Glasübergangstemperatur des vollständig reagierten Systems) ausgesetzt, so zersetzt sich mit zunehmender Reaktionszeit das gummielastische Polymer und der Fall der Verkohlung tritt ein.

Wie bereits erwähnt, ist die Glasübergangstemperatur vom vorliegenden Aushärtegrad abhängig. Moosburger et al. [28] zeigen dieses Verhalten am Beispiel teilausgehärteter RTM6-Proben bei einer Aushärtetemperatur von 135 °C (siehe Abbildung 2 - 6):



**Abbildung 2 - 6:** Glasübergangstemperatur in Abhängigkeit vom RTM6-Aushärtegrad bei einer Aushärtetemperatur von 135 °C; im markierten Übergangsbereich überschreitet die Glasübergangstemperatur die Aushärtetemperatur (nach [28])

Es ist ein nicht-linearer Anstieg der Glasübergangstemperatur zu beobachten. Dies lässt sich dadurch erklären, dass bei hohen Aushärtegraden bereits wenige neue Bindungen zu einer deutlichen Versteifung und damit zu einer Erhöhung der Glasübergangstemperatur führen. Um zu jedem Aushärtegrad die dazugehörige Glasübergangstemperatur zu bestimmen, wird für Epoxidharzsysteme oft die empirische „DiBenedetto-Gleichung“ verwendet [32]:

$$T_g = T_{g,0} + \frac{(T_{g,\infty} - T_{g,0}) \cdot \alpha \cdot \lambda}{1 - (1 - \lambda) \cdot \alpha} \quad (2-1)$$

$T_{g,0}$  und  $T_{g,\infty}$  sind die Glasübergangstemperaturen des unreaktierten bzw. des vollständig reaktierten Systems. Außerdem stellt  $\alpha$  den Härtegrad und  $\lambda$  den Werkstoff- bzw. Fitparameter dar. Im Fall von Moosburger et al. konnte das Verhältnis der Glasübergangstemperatur zum vorliegenden Härtegrad mit einem Fitparameter  $\lambda = 0,4848$  sehr gut beschrieben werden [28].

Die Aushärtegrade zwischen 74 % und 79 % liegen in einem Übergangsbereich, in dem die Glasübergangstemperatur und die vorliegende Aushärtetemperatur nahezu identisch sind. Wie bereits anhand des TTT-Diagramms erläutert, ändern sich die morphologischen Zustände des Harzsystems in Abhängigkeit von der Aushärtezeit bei konstanter Aushärtetemperatur, wodurch ein erheblicher Einfluss auf die physikalischen Eigenschaften des Polymers ausgeübt wird. Zum Zeitpunkt der auftretenden Verglasung verändert sich der Reaktionsmechanismus von einem chemisch kinetisch-kontrollierten zu einem diffusions-kontrollierten. Liegt die Glasübergangstemperatur unterhalb der Aushärtetemperatur, liegen die Proben bei Ende des Aushärtezyklus in einem gummielastischen Zustand vor. Erst wenn das Material abkühlt, frieren die Kettenbewegungen ein und man erreicht einen glasartigen Zustand. Verhalten sich die Glasübergangs- und Aushärtetemperatur entgegengesetzt, so kommt es bereits während dem Aushärten zur Verglasung. Letztlich verlangsamt die diffusions-kontrollierte Reaktion, bis sie zum vollständigen Erliegen kommt. Der Härtegrad erhöht sich in Abhängigkeit von der Aushärtezeit nicht beliebig weiter, sondern wird durch den verwendeten isothermen Zyklus bestimmt.

### 2.1.3 Interphase

Neben den verwendeten Fasern und dem Matrixmaterial hat die Grenzfläche zwischen den beiden Komponenten maßgeblichen Anteil an dem mechanischen Verhalten des Werkstoffes. Bereits 1972 wurde von Sharpe entdeckt, dass sich der Bereich zwischen den beiden Komponenten durch unterschiedliche physikalische und chemische Eigenschaften auszeichnet [33]. Letztlich sind die gesamten Eigenschaften des Faserverbundwerkstoffes an die Güte seiner Grenzflächen gekoppelt, welche in makroskopi-

schen Bauteilen aufgrund des hohen Faseranteils großflächig auftreten. Eine genaue Kenntnis dieser Grenzschichten bezüglich ihrer Struktur ist daher Voraussetzung, Faserverbundwerkstoffe gezielt für spezielle Anwendungen zu entwickeln.

Die Kontaktfläche zwischen Faser und Matrix wurde zunächst als eine Art zweidimensionale Kontaktfläche angenommen und modelliert. Spätere Arbeiten haben aufgezeigt, dass sich das mechanische Verhalten im grenzflächennahen Bereich rapide ändert und keine perfekte Faser-Matrix-Anbindung angenommen werden kann. Die Interphase wird mittlerweile als dreidimensionale, endliche Kontaktregion beschrieben, deren Eigenschaften durch Wechselwirkung von Faser und Matrix entstehen und sich nicht additiv aus den reinen Komponenten zusammensetzen lassen. Die Adhäsion zwischen Faser und Matrix resultiert aus chemischen Bindungen, molekularphysikalischen Verbindungen und einer mechanischen Verankerung zwischen beiden Komponenten. [34-37]

### **Chemische Bindung**

Eine chemische Bindung zwischen der Matrix und der verstärkenden Faserkomponente entsteht durch kovalente Bindungen. Diese entstehen hauptsächlich durch Vernetzungsreaktionen der aufgetragenen Epoxidharz-Schlichte mit den polar ausgerichteten Faseroberflächen und der ebenfalls epoxidharzartigen Matrix. Aufgrund ihrer hohen chemischen Bindungsenergie erreicht man damit eine hohe Adhäsion. Die Reaktionskinetik ist üblicherweise bei hohen Temperaturen beschleunigt, jedoch hat auch die Diffusion einen maßgeblichen Anteil an den Grenzflächenreaktionen. Daher ist der chemische Reaktionsmechanismus temperatur- und auch zeitabhängig.

### **Physikalische Anbindung**

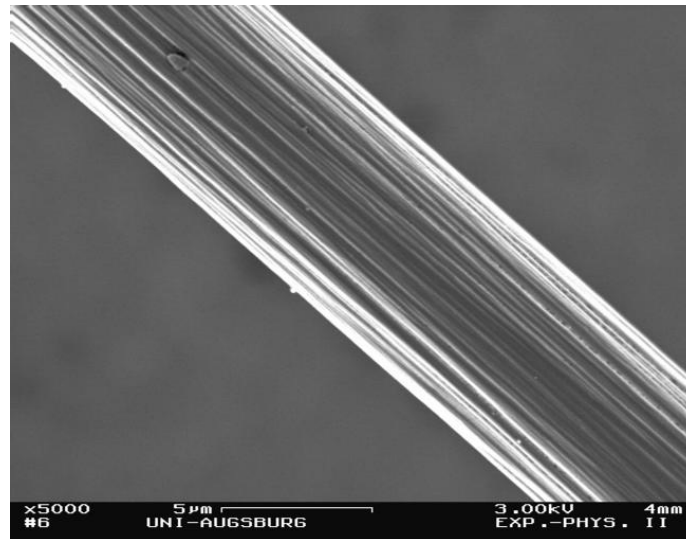
Neben einer chemisch stabilen Verbindung leisten auch die intermolekularen Kräfte wie van-der-Waals-, Dipol-Dipol-, Wasserstoffbrücken- und ionische (Säure-Base-) Bindungen ihren Beitrag zu einer starken Faser-Matrix-Anbindung. Voraussetzung ist eine gute Benetzung des Fasermaterials mit dem Polymer, so dass beide Komponenten in ausreichend engem Kontakt stehen.

### **Mechanische Adhäsion**

Aufgrund ihres Herstellungsverfahrens besitzt das Fasermaterial eine charakteristische Oberflächenrauheit (siehe Abbildung 2 - 7). Bei der mechanischen Haftung verbindet sich die Faser mit der Matrix, indem die niedrigviskose Matrix in vorhandene Poren und Unebenheiten der Faseroberfläche fließt, aushärtet, und sich letztlich beide Komponenten mechanisch verzahnen. Die zu benetzende Oberfläche der C-Fasern kann durch verschiedene Prozesse (z.B. Oxidationsbehandlung, etc.) vergrößert werden, um eine möglichst maximale mechanische Verankerung zu realisieren. Dieser Effekt spielt jedoch nur eine Rolle, sofern sich die Oberflächentopologie von Faser und Matrix ähneln. Die mechanische Verklammerung ist vor allem senkrecht zur Faserrichtung von



Bedeutung, da die Mikrostruktur der C-Faser in axialer Richtung kaum Rauheiten aufweist (siehe Abbildung 2 - 7).



**Abbildung 2 - 7:** Aufnahme der Oberflächenrauheit einer C-Faser mit Hilfe eines Rasterelektronenmikroskops

Die Interphase kann sich in einem CFK-Material mit duromerer Matrix über eine Breite von mehreren hundert Nanometern erstrecken und bewegt sich damit im mikroskopischen Bereich [38, 39]. Die Rasterkraftmikroskopie ist mit einer Auflösung in dieser Größenordnung eine geeignete Charakterisierungsmethode.

Ausschlaggebend für die Eigenschaften des Faserverbundwerkstoffes ist die Fähigkeit der Matrix, die angelegten Spannungen auf die Faser zu übertragen. Ist die Adhäsion bzw. Ankopplung aufgrund einer sich nur schwach ausbildenden Interphase unzureichend, so kann die Matrix kaum Kräfte in die Faser leiten. Die verstärkenden Eigenschaften der Fasern im Komposit können nicht voll ausgenutzt werden.

Abhilfe kann man durch die in Kapitel 2.1.1 beschriebenen Oberflächenmodifikationen der C-Faser schaffen. Sowohl eine oxidative Behandlung als auch die Auftragung einer Schichte haben sich im industriellen Herstellungsprozess fest etabliert. Liegt eine sehr hohe Anbindung vor, kann dies zur Versprödung des Faserverbundwerkstoffes führen, so dass für die Güte der Faser-Matrix-Anbindung eines jeweiligen Systems ein zufriedenstellender Kompromiss gefunden werden muss.

Die Interphase setzt sich infolge des Herstellungsprozesses von Faserverbundwerkstoffen aus verschiedenen Bereichen zusammen. Verfolgt man den lateralen Querschnitt von einer C-Faser in Richtung der Matrix, so leisten effektiv zwei verschiedene Bereiche ihren Beitrag zu der sich ausbildenden Interphase des Faserverbundwerkstoffes:

### Faserrandzone

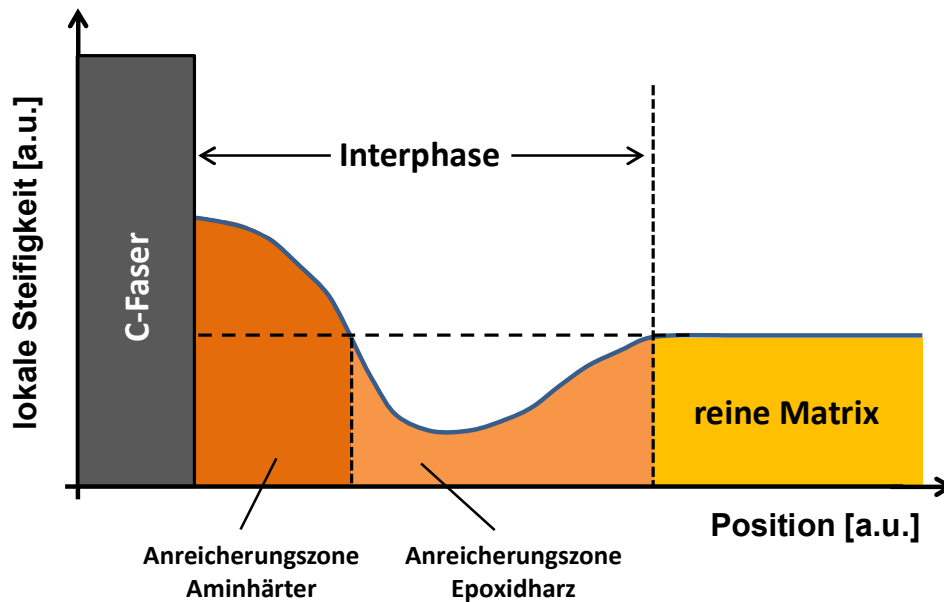
Wie bereits in Kapitel 2.1.1 erläutert, besitzt die C-Faser mit PAN als Precursor einen schalenartigen Aufbau, wobei die graphitischen Anteile zum oberflächennahen Bereich zunehmen. Die Oberfläche der C-Faser hat dementsprechend im Vergleich zum Volumen neben einer abweichenden Kristallstruktur samt Fehlstellendichte auch eine andere chemische Zusammensetzung. Liegt eine oxidierte C-Faser vor, so ist der graphitische Kohlenstoff der Faseroberfläche durch verschiedene Sauerstoffverbindungen (Hydroxyl-, Carboxyl-, Ether-, u.a.) substituiert worden [39-41].

Es besteht auch die Möglichkeit, bei dem Herstellungsprozess der C-Faser eine Schichte auf deren Oberfläche aufzutragen. Neben ihrer Schutzfunktion von Einzelfaserfilamenten während der weiteren Prozessierung, dient sie hauptsächlich als vernetzender Haftvermittler bei duromeren Polymersystemen und besteht daher ebenfalls aus einem Epoxidharz. Die Schichte vernetzt mit dem Matrixmaterial zum eigentlichen Faserverbundwerkstoff.

### Polymerseitige Übergangsphase

Die Ausbildung der Epoxidharzgrenzschicht resultiert aus physikalischen und chemischen Wechselwirkungsprozessen mit der Faseroberfläche, welche den ablaufenden Aushärtprozess des Harz-Härter-Gemisches beeinflussen können. Die auftretenden Adsorptions-, Desorptions- und Diffusionsprozesse sind vor allem von der Temperatur und der Zusammensetzung des Harzes abhängig [42, 43]. Während dem Aushärten des duromeren Matrixsystems passt sich die Matrixstruktur der Faseroberfläche an, indem sich die Moleküle des Epoxidharzes an den reaktiven Gruppen der C-Faser-Moleküle ausrichten. Eine Abnahme der Entropie sowie eine Reduzierung der Freiheitsgrade durch die zunehmende Vernetzung sind die Folge. Reagiert eine Komponente des reaktiven Polymergemisches bevorzugt mit der Faseroberfläche, so können sich Auswirkungen auf die lokale Vernetzungsdichte sowie die lokalen mechanischen Parameter ergeben. Palmese und McCullough [44] zeigen anhand ihres erstellten Modells, dass das Größenverhältnis der chemischen Reaktionszeit ( $t_{ch}$ ) und der Diffusionszeit ( $t_{diff}$ ) die Ausbildung der Faser-Matrix-Grenzfläche beeinflusst. Ist die Diffusionszeit sehr viel kleiner als der Ablauf der chemischen Reaktionen, so kann sich der ausbildende Konzentrationsgradient der Amine bereits vor dem entgegenwirkenden Viskositätsanstieg wieder ausgleichen. Sind die Diffusionszeiten sehr lang ( $t_{diff} > t_{ch}$ ), so kann durch die Entmischung in der vorgegebenen Zeit kein Konzentrationsgradient erreicht werden. Befinden sich beide charakteristischen Zeiten in der gleichen Größenordnung, so kommt es zu lokalen Konzentrationsgradienten. Der Aushärtprozess des Polymers ist im fasernahen Bereich aufgrund eines lokalen Härter-Überschusses zunächst schneller, ehe es durch eine ungünstige Stöchiometrie der Reaktionspartner infolge des Gelierens zu einem Abbruch der beschleunigten Anfangsreaktion kommt.

Abbildung 2 - 8 verdeutlicht, wie sich die auftretende Entmischung von Epoxidharz und Härter auf die lokale Steifigkeit der verschiedenen Matrixbereiche auswirkt.



**Abbildung 2 - 8:** Entmischung von Epoxidharz und Härter an der fasernahen Grenzfläche (nach [45])

Es entstehen unterschiedliche Matrixbereiche, wobei die fasernahe Anreicherungszone eine höhere Steifigkeit als die Verarmungszone besitzt. Im Vergleich zur reinen Polymermatrix ergeben sich ebenfalls graduelle Diskrepanzen bezüglich der chemischen Stabilität und den mechanischen Eigenschaften, da die Bindungspartner auf die reaktiven Gruppen der Faseroberfläche verzichten müssen. [44]

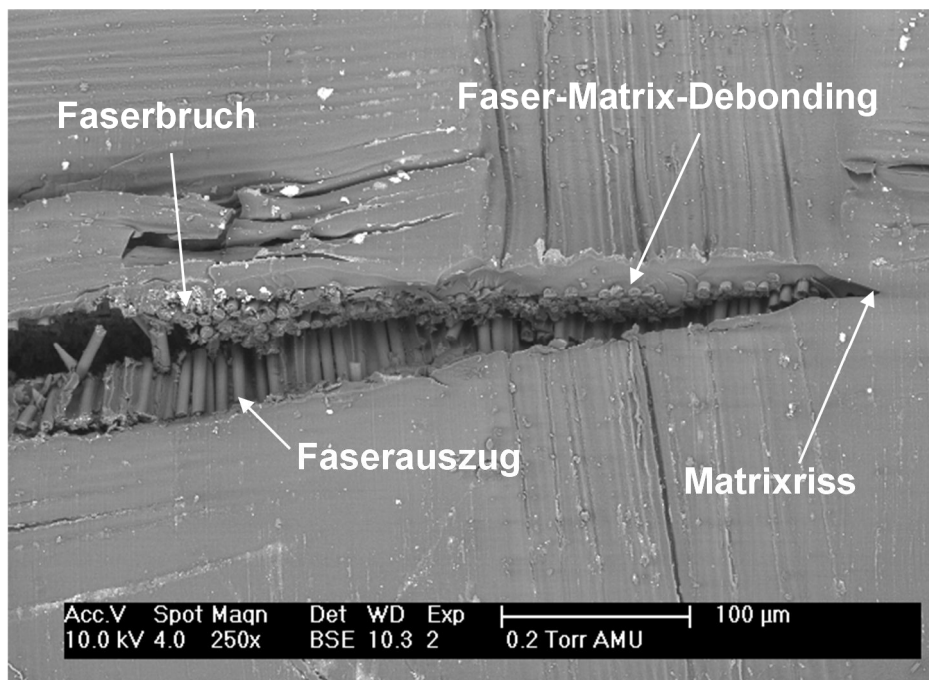
Im Bereich der Forschung und Entwicklung von Faserverbundwerkstoffen wird dem polymerseitigen Teil der Interphase aufgrund seiner Vielfältigkeit und Komplexität oft mehr Bedeutung beigemessen. Dies ist auch damit begründet, dass sich dieser Bereich der Interphase erst bei der Benetzung des Fasermaterials mit dem reaktiven Harz-Härter-Gemisch ausbildet.

Die Interphase hat einen wesentlichen Einfluss auf die makroskopischen Eigenschaften des Faserverbundwerkstoffes und soll dementsprechend ausreichend erforscht und charakterisiert werden. Zur Untersuchung der Interphase bzw. der Faser-Matrix-Grenzfläche dienen mikromechanische Verfahren, da bei diesen in der Grenzfläche ein definierter Spannungszustand erzeugt wird. Die wichtigsten mikromechanischen Prüfmethoden werden in Kapitel 2.3 erläutert.



## 2.2 Schädigungen in Faserverbundwerkstoffen

Aufgrund der vorliegenden Anisotropie und damit verbundenen Entstehung von komplexen Spannungszuständen in Faserverbundwerkstoffen, treten bereits vor dem Versagen des kompletten Bauteils verschiedene mikroskopische Schadensmechanismen auf. CFK-Bauteile bestehen wie in Kapitel 2.1.1-2.1.3 beschrieben, grundsätzlich aus einem Matrixmaterial, in welches die C-Fasern eingefügt sind. Dementsprechend treten die Schädigungen in einer der beiden Komponenten oder in der sich zwischen beiden ausbildenden Interphase auf. Im Einzelnen können ein Faserbruch, Faserauszug, Matrixriss sowie ein Faser-Matrix-Debonding oder auch Delaminationen auftreten [22, 46]. Einige der elementaren Schadensmechanismen sind in Abbildung 2 - 9 mit Hilfe eines Rasterelektronenmikroskops aufgezeigt.



**Abbildung 2 - 9:** Aufnahme mit dem Rasterelektronenmikroskop von den wichtigsten Schadensmechanismen in einem Faserverbundwerkstoff (nach [47])

In Bezug auf einen Faserverbundwerkstoff wird der Faserbruch mit einem gleichzeitigen Brechen einer bestimmten Anzahl an Einzelfilamenten, resultierend aus einer parallel zur Faser auftretenden Zug- oder Druckbeanspruchung, definiert. Ein Faserbruch führt in dem betroffenen Teil des Laminats von einer starken Reduzierung bis zum kompletten Verlust der Festigkeit und Steifigkeit des Materials. Die angelegte Spannung wird über die Matrix auf andere Fasern umgeleitet, jedoch werden die Spannungsumlagerungen vom Bauteil nur selten schadensfrei kompensiert [22].

Bei einem Faser-Matrix-Debonding wird die Matrix von einer einzelnen Faser abgelöst, was letztlich auch zu einem Faserauszug (Pull-Out) aus der Matrix führen kann. Hingegen spricht man von Delaminationen, sobald sich ganze Faserschichten voneinander abtrennen und damit ein interlaminares Versagen darstellen. Grund einer Delamination kann neben einer Schlagbeanspruchung auch ein ungünstiges Risswachstum eines bereits vorliegenden Matrixrisses sein. Diese Art der Schädigung stellt, ähnlich wie der Faserbruch (intralaminare Versagensform), einen Schadensmechanismus dar, der im Allgemeinen als „nicht tolerierbar“ bezeichnet wird [22, 46].

Bei einer Zugbeanspruchung senkrecht zur Faserrichtung kommt es bevorzugt zu Matrixrissen zwischen den einzelnen C-Fasern, die auch als Zwischenfaserbrüche bezeichnet werden. Sie treten üblicherweise entlang der Grenzfläche auf und verlaufen bei einer schwachen Faser-Matrix-Anbindung hauptsächlich in der reinen Matrixkomponente. Eine mikroskopische Schädigung der Matrix führt nicht zwingend zum kompletten Versagen des Bauteils. Zwar werden die mechanischen Eigenschaften der betroffenen Schicht direkt negativ beeinflusst, jedoch müssen sich Rissbildung und Risswachstum bis zu einer Sättigung und damit einem kritischen Schädigungszustand ausweiten. Betrachtet man den zeitlichen Schädigungsverlauf eines Faserverbundwerkstoffes, so sind Zwischenfaserbrüche aufgrund lokaler Spannungsüberhöhungen im Matrixmaterial die ersten auftretenden Schädigungen. Zwischenfaserbrüche dienen als direkte Quelle für Delaminationen. Außerdem verursachen sie eine Kerbwirkung auf benachbarte Fasern und reduzieren dadurch ihre Festigkeiten. Zwischenfaserbrüche erhöhen damit sowohl das Risiko für auftretende Faserbrüche als auch für Delaminationen.

Die Art des auftretenden Schadensmechanismus ist auf die mechanischen Eigenschaften der beiden Materialien, insbesondere Festigkeit und Elastizität, und die sich ausbildenden Interphase zurückzuführen.

Eine Kenntnis der mikroskopischen Schadensmechanismen in makroskopischen Bauteilen stellt auf dem Gebiet der Faserverbundwerkstoffe einen sehr wichtigen Bereich dar. Die einzelnen mikroskopischen Schädigungen können bei der Belastung von Einzelfaser-Modellverbunden gezielt erzeugt und untersucht werden. Im folgenden Kapitel wird daher die Mikromechanik in Faserverbundwerkstoffen mit Hilfe zweier Modelle erläutert. Außerdem werden die am häufigsten verwendeten mikromechanischen Prüfmethoden detailliert beschrieben.

---

## 2.3 Mikromechanische Prüfmethoden

Makromechanische Prüfmethoden haben den Vorteil, dass in der Praxis verwendete Lamine untersucht werden können. Die Bestimmung von mikroskopischen Kenngrößen aus makromechanischen Tests stellt jedoch eine schwierige Herausforderung dar, da eine Reihe von verschiedenen Einflussgrößen bei diesen Versuchen ihren Beitrag leistet (z.B. verschiedene Schadensmechanismen, Lagenaufbau, u.a.). Zusätzlich tritt in diesen Versuchen eine komplexe Spannungsverteilung und somit kein ausschließliches Grenzflächenversagen auf.

Für die Charakterisierung der Faser-Matrix-Anbindung haben sich daher mikromechanische Prüfmethoden durchgesetzt. Mit Hilfe dieser Versuchsmethoden kann die Interphase bzw. die Interaktion von Fasern mit dem Matrix-Material analysiert werden. Hierzu wird ein dem realen Werkstoff repräsentativer Einzelfaser-Modellverbund auf Zug oder Druck belastet, um die Anbindung von der Faser zur Matrix zu charakterisieren [48, 49].

### Modelle zur Mikromechanik in Faserverbundwerkstoffen

Die Grundidee einer Verstärkungswirkung von Faserfilamenten auf eine Matrix basiert darauf, dass von außen angelegte Kräfte in Form von Schubspannungen auf die Faser-Matrix-Grenzfläche übertragen werden. Ein geltendes Modell aufzustellen bringt gewissen Schwierigkeiten mit sich, da sehr komplexe Spannungszustände und diverse Versagensmodi vorliegen. Im Prinzip kann man abhängig von der Spannungsübertragung in die Faser-Matrix-Grenzschicht zwei Modelle unterscheiden.

#### Shear-Lag-Theorie von Cox

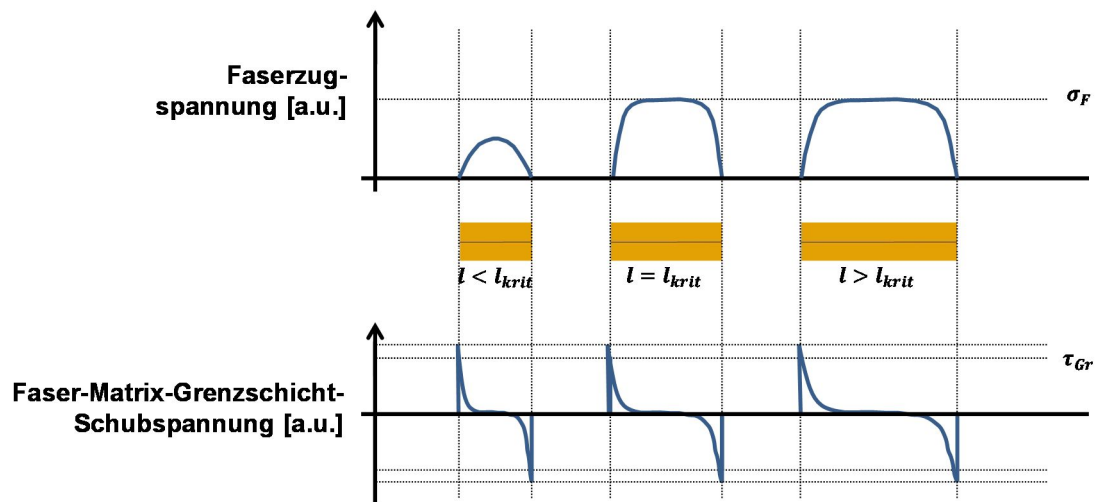
Das erste analytische Modell zur Beschreibung der Spannungsübertragung von der Matrix auf die Faser wurde bereits 1952 von Cox entwickelt [50]. Diese sogenannten Shear-Lag-Modelle beschreiben das Spannungsfeld einer in eine elastische Matrix eingebetteten diskontinuierlichen Faser. Es werden Werkstoffe wiedergegeben, die sich durch bestimmte Eigenschaften und Größenverhältnisse beschreiben lassen:

- Verhältnis der Elastizitätsmodule von Faser und Matrix  $E_{ax,F}/E_{ax,M} \geq 10$
- hoher Faservolumengehalt
- hoher Faserschlankeitsgrad (Verhältnis von Länge zu Durchmesser  $\gg 10$ )

Neben einer Limitierung durch die Eigenschaften der verwendeten Werkstoffkomponenten werden weitere Annahmen oder auch Vereinfachungen getroffen. Die Faser und die Matrix unterliegen einer perfekten Haftung und verhalten sich ideal-elastisch.

Die Steifigkeit der Faser übertrifft den Wert der Matrix, während sich das Verhältnis der Bruchdehnungen entgegengesetzt verhält.

Das Prinzip der Shear-Lag-Theorie ist in Abbildung 2 - 10 dargestellt. Die Matrix wird als elastischer Kreiszylinder modelliert, der die Faser umschließt. An den Faserenden wird keine Kraft übertragen, so dass keine Normalspannungen vorherrschen. In der Fasermitte erreicht die Zugspannung einen bestimmten endlichen Wert, sobald die Faserlänge mindestens der sogenannten kritischen Faserlänge  $l_{krit}$  entspricht. Dieser Wert entspricht der eigentlichen Festigkeit der Faser  $\sigma_F$ .



**Abbildung 2 - 10:** Beanspruchung von Fasern unterschiedlicher Länge nach Cox (nach [51])

Als Folge der Annahmen entstehen an den Faserenden hohe lokale Spannungsspitzen, welche die Grenzflächenscherfestigkeit  $\tau_{Gr}$  übersteigen. In der Mitte der Faser wirken keine Schubkräfte. Wie aus Abbildung 2 - 10 ersichtlich, wird die übertragbare Spannung durch die vorliegende Faserlänge erheblich beeinflusst. Um den Einfluss der Faserlänge zu berücksichtigen, wurde der Parameter  $\beta$  eingeführt.

Betrachtet man eine einzelne Faser (mit Elastizitätsmodul  $E_F$ , Länge  $l_F$  und Radius  $r_F$ ) während einer Belastung in axialer Richtung  $x$ , so ergibt sich der Cocksche Parameter für die Spannungsübertragung  $\beta$  sowie die Grenzflächenscherfestigkeit  $\tau_{Gr}$  wie folgt:

$$\beta = \frac{1}{r_F} \left[ \frac{2G_M}{E_F \cdot \ln(R/r_F)} \right] \quad (2-2)$$

$$\tau_{Gr} = \frac{1}{2} E_F \epsilon r_F \beta \left[ \frac{\sinh \beta \left( \frac{l_F}{2} - x \right)}{\cosh \beta \left( \frac{l_F}{2} \right)} \right] \quad (2-3)$$

$G_M$ : Schubmodul der Matrix

$R$ : mittlerer Abstand zur benachbarten Faser



Nairn [52] hat aufgezeigt, dass Ergebnisse unter Verwendung des Parameters nach Cox weiter optimiert werden können. Im Modell nach Cox werden die makroskopischen Eigenschaften der Komponenten des Faserverbundwerkstoffes berücksichtigt, jedoch müssen auch die Faser-Matrix-Adhäsion und die damit verbundene Reibung sowie die thermischen Spannungen im Material einberechnet werden. Mit Hilfe einer Erweiterung der Shear-Lag-Theorie können unter Verwendung des Parameters nach Nayfeh [53] deutlich verbesserte Resultate erzielt werden:

$$\beta = \sqrt{\frac{2}{r_F^2 E_F E_M} \left[ \frac{E_F V_F + E_M V_M}{\frac{V_M}{4G_F} + \frac{1}{2G_M} \left( \frac{1}{V_M} \ln \frac{1}{V_M} - 1 - \frac{V_F}{2} \right)} \right]} \quad (2-4)$$

Die bei einigen Parametern angefügten Indizes beschreiben die Eigenschaften der Faser ( $F$ ) oder der Matrix ( $M$ ).  $V$  gibt den Volumenanteil,  $G$  das Schubmodul und  $E$  das Elastizitätsmodul der jeweiligen Komponente des Faserverbundwerkstoffes an.

#### Constant-Shear-Theorie von Kelly und Tyson

Neben der Shear-Lag-Theorie stellt die elastisch-plastische Analyse von Kelly und Tyson [54] ein weiteres Modell zur mikromechanischen Analyse in Faserverbundwerkstoffen dar. Im Gegensatz zum Cox-Modell wird davon ausgegangen, dass die an den Faserquerschnittsenden entstehenden Schubspannungsspitzen durch ein plastisches Fließen der Matrix abgebaut werden. Unter der Annahme eines elastisch-plastischen Verhaltens der Matrix, kann man von einer konstanten Schubspannungsverteilung  $\tau_{Gr}$  in der Faser-Matrix-Grenzfläche ausgehen (siehe Abbildung 2 - 11). Die Fasern und die Matrix teilen sich gemäß ihrem prozentualen Anteil im Faserverbundwerkstoff die Spannung auf.

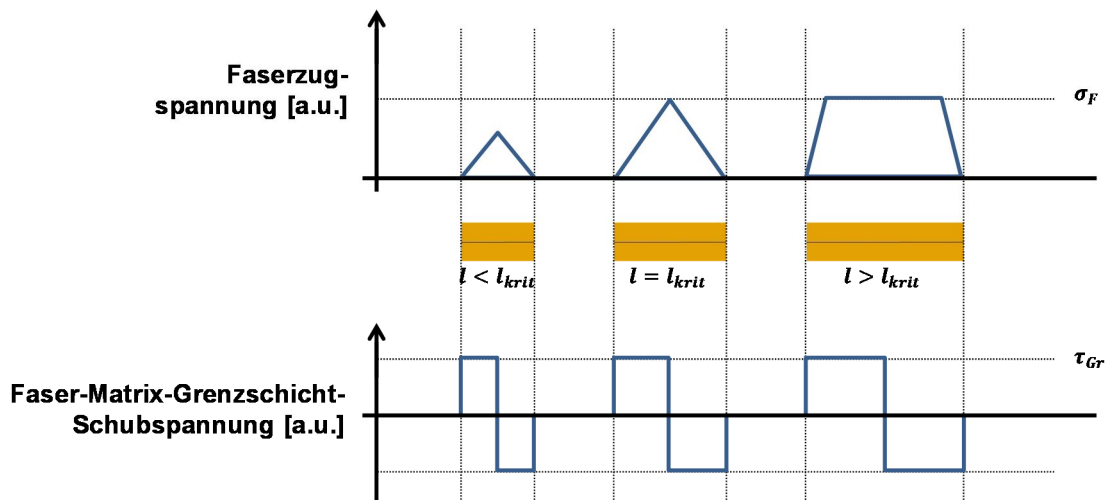


Abbildung 2 - 11: Beanspruchung von Fasern unterschiedlicher Länge nach Kelly-Tyson (nach [51])

Erst ab einer kritischen Mindestfaserlänge  $l_{krit}$  kommt die maximale Festigkeit der Faser zum Tragen [54].

$$\tau_{Gr} = \frac{d_F \cdot \sigma_F(l_{krit})}{2l_{krit}} \quad (2-5)$$

$d_F$ : Faserdurchmesser

Die kritische Faserlänge ist durch die Faser-Matrix-Anbindung bestimmt und daher eine echte Interphaseneigenschaft für die jeweilige Materialkombination. Geht man von gleichen Durchmessern der Fasern aus, so bestimmt die kritische Faserlänge das Versagensverhalten. Die übertragene Schubspannung kann die Grenzflächenfestigkeit nie übersteigen, so dass es bei als ideal angenommener Haftung im Bereich der Schubspannungsspitzen an den Faserenden zum Matrixfließen kommt. Die Folge ist ein Ablösen der Matrix von der Faser. Die auf die gleiche Faserfläche wirkende Kraft ist somit reduziert. Um die gleiche Kraft auf die Faser zu übertragen, benötigt man daher eine verlängerte Grenzflächenstrecke, wobei Fasern überkritischer Länge brechen. Ist die Festigkeit der Faser größer als die der beteiligten Komponenten des Faserverbundwerkstoffes, so kommt es im Versagensfall zu einem Faser-Matrix-Debonding gefolgt von einem Faserauszug. Übertrifft hingegen der Zusammenhalt von Faser und Matrix die Faserfestigkeit, so kommt es zu einer uneingeschränkten Kraftübertragung auf die Faser. Die sich in der Faser ausbildende Zugspannung steigt über die Länge  $l$  so lange linear an, bis die Faser bei Längen über  $l_{krit}$  bricht.

Die maximal auftretende Grenzflächenscherfestigkeit kann sowohl mit Pull-Out-Versuchen [55] als auch mit Faserfragmentierungstests [56] experimentell ermittelt werden. Neben der kritischen Faserlänge muss in Anlehnung an (2-5) die Einzelfaserzugfestigkeit sowie der Faserdurchmesser bestimmt werden. Das Kelly-Tyson-Modell betrachtet auf eine einzelne Faser bezogen beide Charakteristika als invariant. Besonders die Faserzugfestigkeit wird durch eingebaute Defekte im Laufe des Herstellungszyklus limitiert. Eine willkürlich auftretende Verteilung von Fehlstellen hat zur Folge, dass die gemessene Einzelfaserzugfestigkeit sowohl von der freien Faserlänge als auch des jeweils geprüften Faserabschnitts abhängig ist [57] (siehe Kapitel 2.1.1). Die kritische Faserlänge ist ebenfalls ein Parameter, der in Folge des idealisierten Kelly-Tyson-Modells angegeben wird. Für die tatsächliche Berechnung können daher nur reale, statistisch streuende Werte eingesetzt werden, was zu einer mittleren Grenzflächenscherfestigkeit führt:

$$\bar{\tau}_{Gr} = \frac{\bar{d}_F \cdot \bar{\sigma}_F(\bar{l}_{krit})}{2\bar{l}_{krit}} \cdot K_G \cdot K_\rho \quad (2-6)$$

$K_G$ : geometrischer Korrekturfaktor

$K_\rho$ : statistischer Korrekturfaktor der Faserzugfestigkeit

Um  $\bar{\tau}_{Gr}$  über die in Einzelfaserprüfungen ermittelten Zugfestigkeiten berechnen zu können, ist ein weiterer Schritt nötig. In den Experimenten wird die Faser bei freien Faserlängen von 15 mm und mehr bis zum Bruch belastet, wohingegen das längste Fragment von C-Fasern nach mikromechanischen Tests bei Werten von wenigen hundert Mikrometern sättigt. Die Faserzugfestigkeit folgt in Abhängigkeit von der Faserlänge einer Weibull-Statistik [58]. Um aus den experimentellen Daten  $\bar{\sigma}_F(\bar{l}_{krit})$  zu ermitteln, werden die Ergebnisse größerer Prüflängen durch folgende Gleichung extrapoliert:

$$\bar{\sigma}_F(\bar{l}_{krit}) = \sigma_0(L_0) \cdot \left( \frac{L_0}{\bar{l}_{krit}} \right)^{\frac{1}{m_W}} \quad (2-7)$$

$L_0$ : Faserlänge bei Einzelfaserzugprüfung

$\sigma_0(L_0)$ : charakteristische Zugfestigkeit

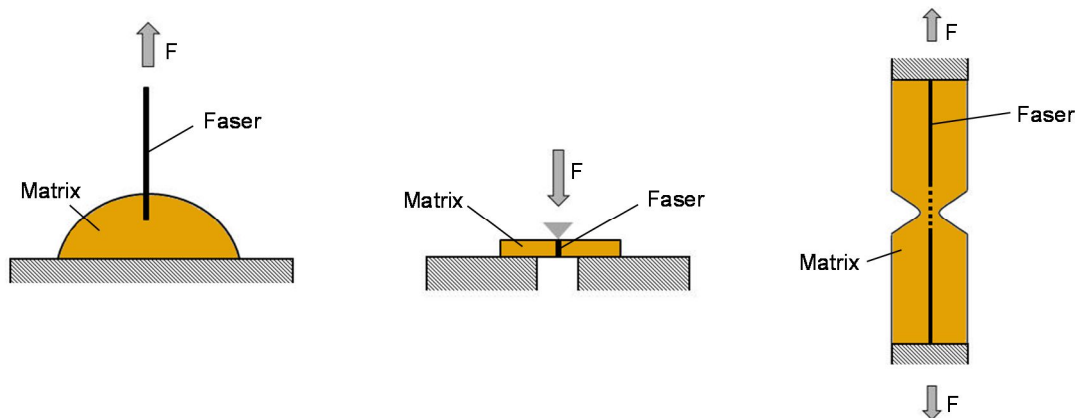
$m_W$ : Weibull-Modul

Für geprüfte Einzelfaser-Modellverbunde kann demnach eine Grenzflächenscherfestigkeit  $\tau_{Gr}$  berechnet werden, welche eine effektive physikalische Größe darstellt. Beide Modelle sind aufgrund ihrer theoretischen Annahmen umstritten. Da der vorliegende Spannungszustand sehr komplex ist, ist die Annahme einer konstanten Schubspannung in der Interphase sehr vereinfacht. Es kann ebenso keine ideale Haftung zwischen den Komponenten des Faserverbundwerkstoffes angenommen werden, da auftretende Debonding-Effekte berücksichtigt werden müssen.

Außerdem muss man bedenken, dass keine mikromechanische Prüfmethode einen im Vergleich zu realen Laminaten gleichwertigen Zustand der Interphase abbilden kann. Pitkethly et al. zeigen mit einem laborübergreifend durchgeführten „Round-Robin-Test“, dass die verschiedenen Prüfmethoden anhand von  $\tau_{Gr}$  nicht direkt miteinander verglichen werden können [59]. Eine ausgewählte Prüfmethode kann keine genauen Aussagen zulassen, da Probenpräparation, Messaufbau und -apparatur in unterschiedlichen Prüflaboren trotz interner Reproduzierbarkeit zu abweichenden Ergebnissen führen. Außerdem liegen bei den verschiedenen Versuchen unterschiedliche Spannungszustände und -verteilungen vor, so dass auch ein quantitativer Vergleich der einzelnen Ergebnisse untereinander zu starken Abweichungen führt.

Die ermittelten Grenzflächenscherfestigkeiten sind demnach hauptsächlich beim Vergleich von unterschiedlichen Materialkombinationen aussagekräftig. Vergleicht man die Ergebnisse innerhalb einer mikromechanischen Prüfmethode und berücksichtigt neu gewonnene Ansatzpunkte für eine Modellverbesserung, so eignet sich  $\tau_{Gr}$  durchaus als Kriterium, um Tendenzen bezüglich der Festigkeit der Faser-Matrix-Anbindung aufzuzeigen.

Zusammen mit dem Einzelfaser-Push-Out-Versuch [60] sind der Einzelfaser-Pull-Out-Versuch [61] und der Einzelfaserfragmentierungstest [62] die bekanntesten und am häufigsten verwendeten mikromechanischen Prüfmethoden, welche in der folgenden Abbildung 2 - 12 schematisch dargestellt sind.



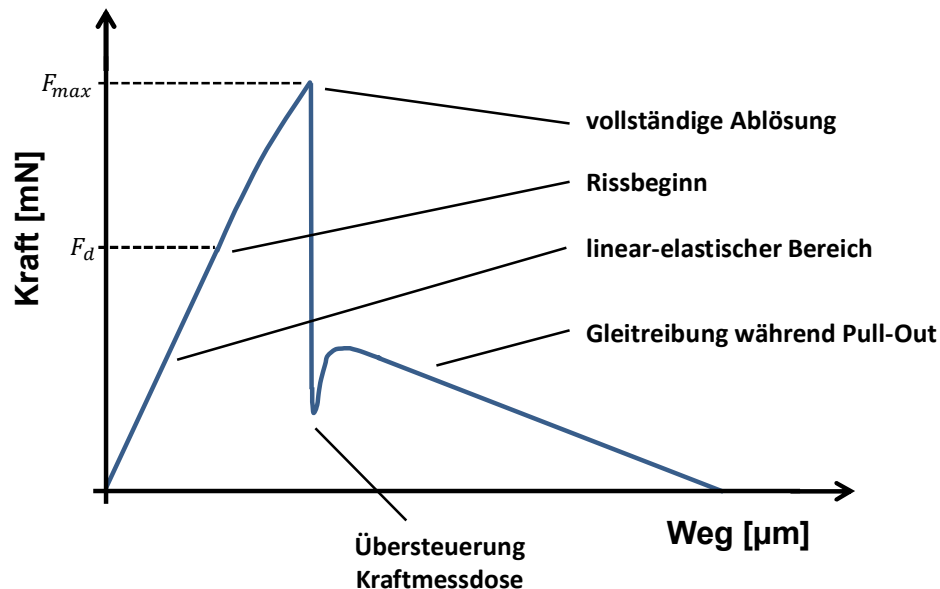
**Abbildung 2 - 12:** Darstellung der wichtigsten mikromechanischen Prüfmethoden: Einzelfaser-Pull-Out-Versuch (links), Einzelfaser-Push-Out-Versuch (mittig) und Einzelfaserfragmentierungstest (rechts)

Bei allen Methoden handelt es sich um zerstörende Prüfmethoden. Die Faser wird teilweise oder komplett in dem jeweiligen Matrixsystem eingebettet und anschließend unter Zug- bzw. Druckbelastung geprüft. Bei den ersten beiden Verfahren wird die Kraft direkt über die Faser eingeleitet, wohingegen der Kraftübertrag beim Fragmentierungstest nur indirekt in Form von Schubspannungen über die Matrix stattfindet. Die einzelnen mikromechanischen Prüfmethoden werden im Folgenden detailliert beschrieben.

### 2.3.1 Einzelfaser-Pull-Out-Versuch

Bei diesem Versuch wird eine einzelne Faser in einen Matrixtropfen eingebettet, so dass ein Ende der Faser aus dem Epoxidharz herausragt (siehe Abbildung 2 - 12, links). Dieses Faserende wird mechanisch oder durch Aufkleben fixiert und mit konstanter Prüfgeschwindigkeit auf Zug belastet, so dass die Faser aus der Matrix gezogen wird [63].

Wie aus Abbildung 2 - 13 ersichtlich, lässt sich die Kraft-Weg-Kurve des Pull-Out-Versuchs in vier Bereiche unterteilen [64, 65].



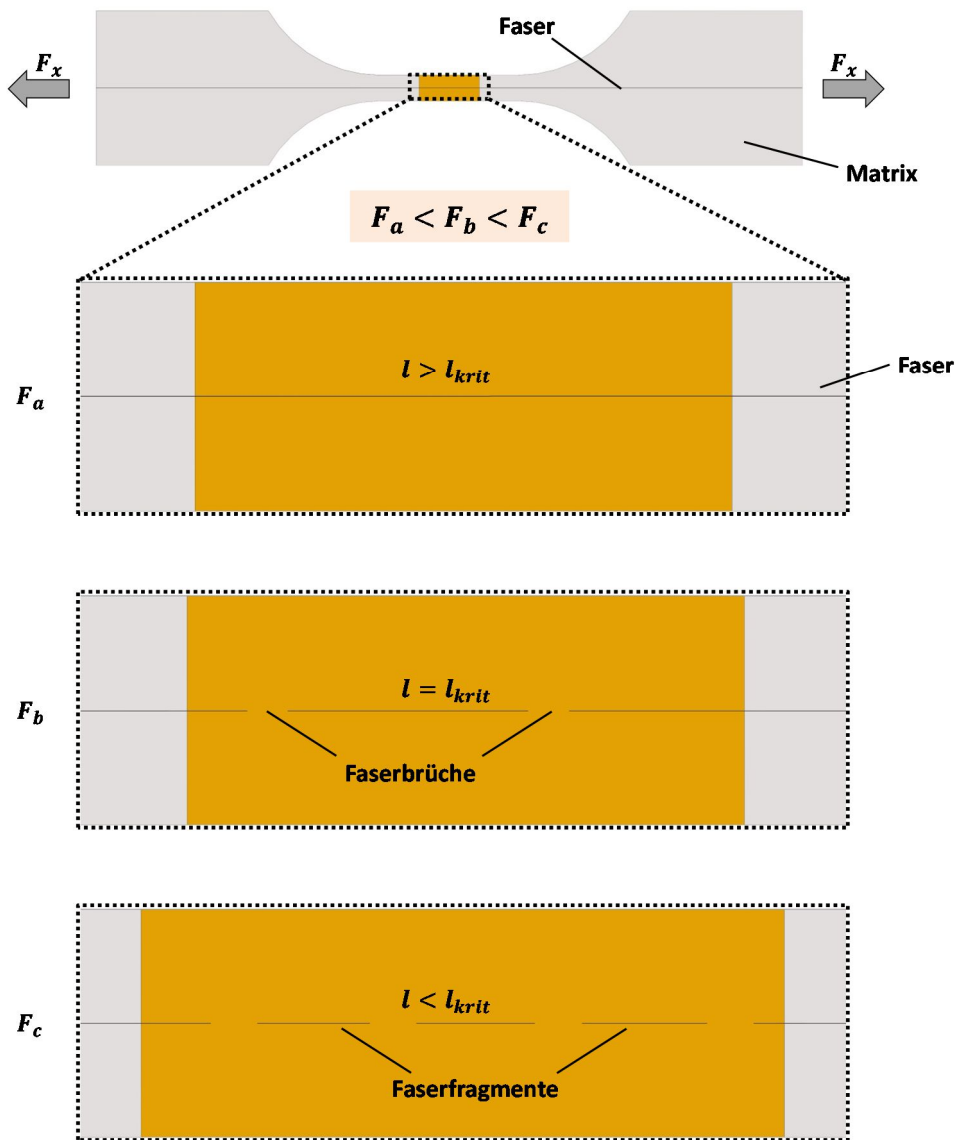
**Abbildung 2 - 13:** Typisches Kraft-Weg-Diagramm eines Einzelfaser-Pull-Out-Versuchs; die charakteristischen Punkte und Bereiche sind im Kurvenverlauf markiert

Im ersten Bereich verhält sich das Faser-Matrix-System linear elastisch. Die Anbindung zwischen Faser und Matrix ist noch vollständig intakt. Sobald ein Riss bei der Kraft  $F_d$  injiziert wird, breitet sich dieser zunehmend entlang der Faser-Matrix-Grenzfläche aus. Das System verhält sich nicht mehr linear-elastisch und es kommt zu einem Abknicken des Kurvenverlaufs. Bei der Maximalkraft ( $F_{max}$ ) der Kraft-Weg-Kurve hat sich die Faser komplett von der Matrix abgelöst und es kann nur noch ein geringer Teil der angelegten Kraft auf die Faser übertragen werden. Die Kraft erfährt daher einen schlagartigen Abfall, der aufgrund der Trägheit der Kraftmessdose der Prüfmaschine leicht übersteuern kann. Abschließend liegt nur noch eine Gleitreibung vor, die mit fortschreitendem Auszug und einer geringer werdenden Einbettlänge abnimmt, bis die Faser letztlich komplett aus der Matrix gezogen ist.

### 2.3.2 Einzelfaserfragmentierungstest

Der Einzelfaserfragmentierungstest basiert auf der Analyse von Metall/Metall-Verbunden von Kelly und Tyson aus dem Jahr 1965 [54]. Sie untersuchten das Fragmentierungsverhalten von Wolfram- bzw. Molybdän-Drähten in einer Kupfermatrix und erstellten das in Kapitel 2.3 beschriebene Modell, mit dem eine durchschnittliche Grenzflächenfestigkeit einer Faser/Polymermatrixkombination ermittelt werden kann.

Bei dem Verfahren wird eine einzelne Faser axialsymmetrisch in eine reine Polymermatrix mit knochenförmiger Geometrie eingebettet. Der gesamte Einzelfaser-Modellverbund wird einer Zugbeanspruchung ausgesetzt. Der zeitliche Verlauf eines Einzelfaserfragmentierungstests ist in Abbildung 2 - 14 schematisch dargestellt.

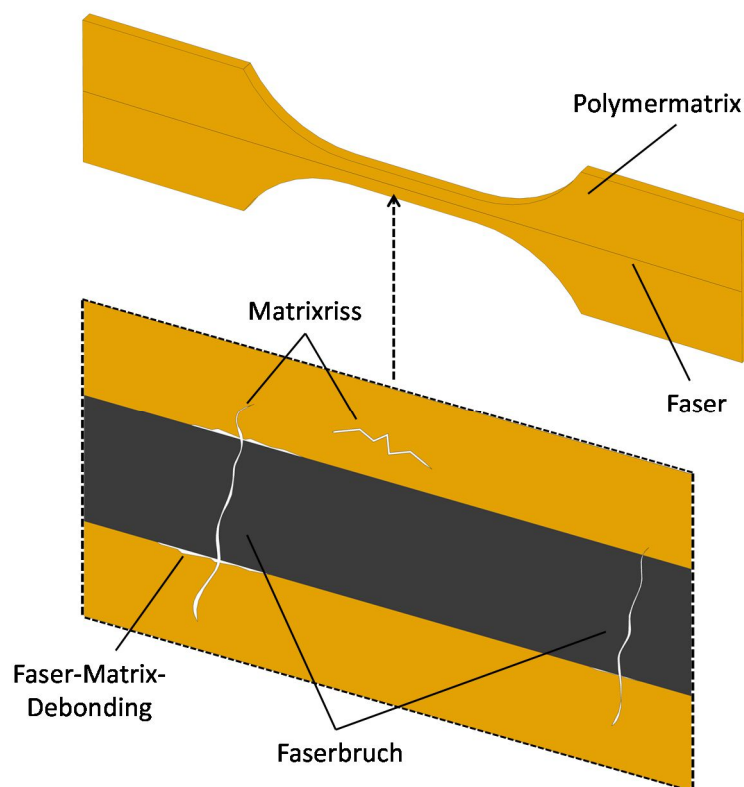


**Abbildung 2 - 14:** Ablauf eines Einzelfaserfragmentierungstests in Abhängigkeit von der jeweiligen Zugbelastung bzw. der Länge der Faser(-Fragmente)

Aufgrund der angelegten Zugspannung erfährt der Einzelfaser-Modellverbund eine Dehnung. Diese Dehnung lässt zwischen der steifen Faser und der vergleichsweise duktilen Polymermatrix Scherkräfte entstehen, die in Form von Schubspannungen von der Matrix auf die Faser übertragen werden. Die eigeleiteten Schubkräfte sind aufgrund einer als gleichmäßig angenommenen Faser-Matrix-Anbindung zu Beginn über die ge-

samte Faserlänge konstant. Wie bereits in der Shear-Lag-Theorie von Cox beschrieben, muss die betrachtete Länge der Faser dabei mindestens die kritische Faserlänge  $l_{krit}$  erreichen. Nur in diesem Fall wird der kritische Wert der Zugfestigkeit der eingebetteten Faser erreicht und es kommt zu vereinzelt Faserbrüchen. Das Spannungsplateau erfährt an den Bruchstellen der Faser Singularitäten, da hier keine Schubkräfte mehr auf die Faser übertragen werden können. Mit zunehmender Zugspannung bzw. eingeleiteten Schubkräften schreitet die Faserfragmentierung fort. Die einzelnen Faserfragmente werden immer kürzer und haben letztlich eine Länge zwischen  $l_{krit}/2$  und  $l_{krit}$  (siehe Abbildung 2 - 14). In den Faserfragmenten ist ein Spannungsmaximum erreicht, welches unter der Zugfestigkeit der Faser liegt und auch bei wachsender Belastung zu keinen weiteren Faserbrüchen führen kann. Eine Sättigung der Faserfragmentierung ist erreicht, wodurch abschließend nur noch der gesamte Einzelfaser-Modellverbund, abhängig von der Festigkeit der Polymermatrix, bricht.

Bei einem Einzelfaserfragmentierungstest treten eine Reihe von verschiedenen mikroskopischen Schadensmechanismen in einem einzelnen Experiment nebeneinander auf (siehe Abbildung 2 - 15).



**Abbildung 2 - 15:** Parallel auftretende Schadensmechanismen bei dem Einzelfaserfragmentierungstest; dreidimensionale Knochenform (oben), Zoom in zweidimensionalen Querschnitt nach dem erfolgten Fragmentierungstest (unten)

Wird die Zugfestigkeit der eingebetteten Faser erreicht, so teilt sich die Faser beim Bruch vollständig in zwei Hälften. Die Bruchenergie ist so groß, dass sich der Riss mehr oder weniger weit in die Matrix fortpflanzt und kleinere und größere Matrixrisse generiert. Ein Faserbruch ist oft auch Ausgangsposition für ein Faser-Matrix-Debonding, welches sich von der Bruchfläche weg entlang der Faser ausbreitet. [66]

Voraussetzung für einen erfolgreich durchgeführten Einzelfaserfragmentierungstest ist, dass die Bruchdehnung der Polymermatrix höher als die der eingebetteten Faser ist. Das Verhältnis soll mindestens 3:1 sein, da die Faser nicht nur fragmentieren soll, sondern auch der Sättigungszustand erreicht werden muss [62].

### 2.3.3 Einzelfaser-Push-Out-Versuch

Die bisherigen Messmethoden haben gemeinsam, dass die Faser-Matrix-Anbindung in einer Umgebung analysiert wird, welche man in realen CFK-Bauteilen nicht vorfindet. Der Spannungszustand in Laminaten, die in der Praxis verwendet werden, wird bereits vor der eigentlichen Belastung durch eine lokal anisotrop vorliegende Faserumgebung definiert.

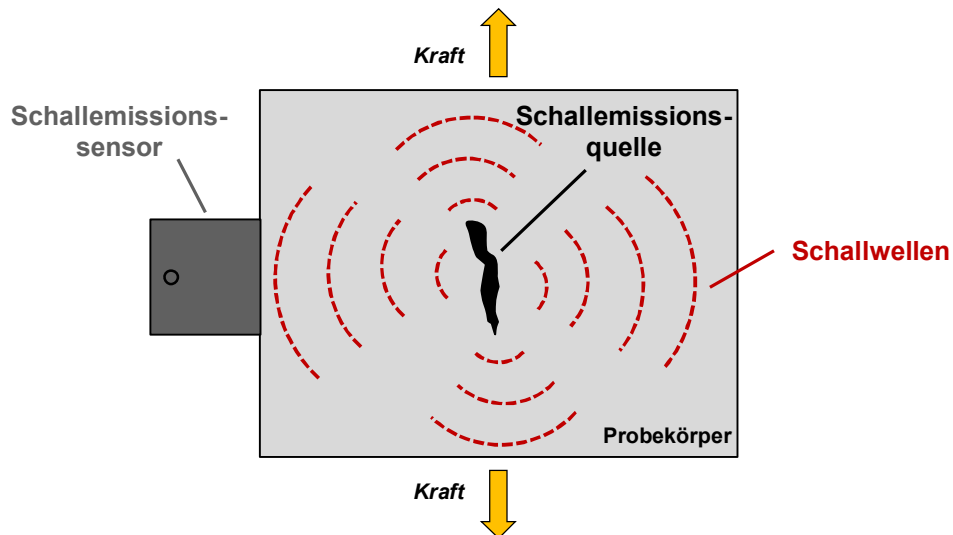
Der Push-Out-Versuch ist eine geeignete mikromechanische Prüfmethode, neben Einzelfaser-Modellverbunden auch sehr dünn präparierte Laminat-Scheiben zu analysieren. Daher können mit nur einem Probenkörper eine Reihe von Versuchen durchgeführt werden, was die Prüfmethode für den Labormaßstab besonders interessant macht.

Bei dem Push-Out-Verfahren wird eine einzelne Faser einer planparallelen Probe durch eine Indenterspitze einer zunehmenden Druckkraft in axialer Richtung ausgesetzt (siehe Abbildung 2 - 12, mittig). Nach einer elastischen und plastischen Deformation der Faser kommt es an der Faser-Matrix-Grenzfläche zu einer Rissinitiierung gefolgt von einer Risspropagation entlang dieser Grenzfläche. Abschließend wird Faser axial zur Probe herausgedrückt. [67 - 70]



## 2.4 Schallemissionsanalyse

Die Schallemissionsanalyse (SE-Analyse) ist ein quasi-zerstörungsfreies Prüfverfahren. In einem Werkstoff entstehen durch das Auftreten von verschiedenen Materialprozessen (z.B. durch korrosionsbedingte chemische Prozesse oder mechanische Belastung) innere Spannungen, die sich bevorzugt an Defekten im Material konzentrieren. Sobald diese eine materialspezifische Belastungsgrenze lokal überschreiten, werden sie unter Energiefreisetzung, neben plastischer Energie und Dissipation oder einer statischen Aufladung der Rissufer, unter anderem auch in Form von elastischen Wellen, irreversibel abgebaut [4, 71]. Die Schallwellen breiten sich aufgrund der atomaren Kopplung im Probenkörper als Dichtewellen aus und können an der Materialoberfläche mit Hilfe von piezoelektrischen Sensoren detektiert und später analysiert werden (siehe Abbildung 2 - 16).



**Abbildung 2 - 16:** Schallemission eines auftretenden Risses

Aus physikalischer Sicht besteht eine enge Verbindung zur Erdbebenkunde (Seismik), jedoch sind die Geometrien der akustischen Quellen und daher auch die abgestrahlten Frequenzen unterschiedlich dimensioniert [72]. Generell treten bei der Prüfung von Faserverbundwerkstoffen vor allem Frequenzen im Ultraschallbereich auf. Die freigesetzten Wellen liegen in einem Frequenzbereich zwischen 20 kHz und 2 MHz. Während noch höhere Frequenzen vom Probenmaterial absorbiert werden, werden niedrigere Frequenzen von externen Störgeräuschen weitestgehend überlagert.

Der Unterschied zum Ultraschallverfahren besteht darin, dass das akustische Signal im Werkstoff selbst injiziert wird und kein Sender aktiv Schallwellen von außen durch das Material sendet [4]. Die SE-Analyse ist daher ein geeignetes Prüfverfahren, um aktive Veränderungen im Werkstoff zu erkennen. Bereits bestehende inaktive Defekte (Poren, Blasen, Ondulationen) werden nicht registriert, können aber als Quellen neuer SE-

Signale fungieren [73]. Da bereits sehr kleine Schädigungen im Material eine Schallemission verursachen können, kann sich die Materialermüdung eines Werkstücks schon lange Zeit vor dem kompletten Versagen ankündigen.

Das Phänomen der Schallemission ist seit vielen Jahren bekannt. Bereits im Jahr 1917 hat Czochralski entdeckt, dass es bei der plastischen Verformung von Metallen zur Schallemission kommt [74]. Eines der bekanntesten Beispiele ist der sogenannte Zinn-schrei. Hier werden Zinnkristalle unter Belastung plastisch verformt und es kommt aufgrund der Bildung von kristallographischen Zwillingstrukturen zur Entstehung einer elastischen Spannungswelle. Im Jahr 1950 führte Joseph Kaiser durch eine systematische Untersuchung von Zugprüfungen an Metallen und anderen Werkstoffen die SE-Analyse als quasi-zerstörungsfreie Prüfmethode ein und begründete dadurch ihre technische Nutzung [75].

Heutzutage wird die SE-Analyse aufgrund ihrer komplexen Technologie in vielen Bereichen angewendet. Der erwähnte Vorteil der Echtzeitprüfung ermöglicht eine Onlineüberwachung von Bauteilen (Pipelines, Drucktanks, chemische Anlagen, etc.) sowie eine Untersuchung von Werkstoffen unter mechanischer Belastung [76, 77]. Die SE-Analyse ist nicht auf das Gebiet von Faserverbundwerkstoffen limitiert, wie Anwendungen der Schraubenüberwachung [78] oder auch die Analyse und Risserkennung in Schweißnähten [79] oder Stahlseilen [80] verdeutlichen.

Im weiteren Teil von Kapitel 2.4 werden die theoretischen Konzepte für ein Verständnis der Schallemission, welche während der Materialschädigung erzeugt wird, erläutert. Es werden Grundlagen wie die SE-Quellen, die Wellenerzeugung und -ausbreitung und die Schritte zur Aufzeichnung und Analyse der akustischen Signale beschrieben. Des Weiteren wird die Schallemission an Einzelfaser-Modellverbunden sowie ihre Grenzen diskutiert. Die letzten Unterkapitel konzentrieren sich auf die Möglichkeiten der Signalinterpretation. Im Einzelnen wird die Theorie der Lokalisierung der Signale sowie deren Klassifizierung anhand von Mustererkennungsverfahren dargelegt. Abschließend wird mit der Choi-Williams-Darstellung eine Möglichkeit erläutert, die akustischen Signale zur Analyse im Zeit-Frequenz-Bereich abzubilden.

### 2.4.1 Schallemissionsquellen

Der physikalische Prozess der Rissbildung in Festkörpern und damit auch der durch die Rissausbreitung erzeugte Ursprung der SE-Signale sind noch immer nicht vollständig geklärt und ein aktuelles Forschungsthema. Bei einer Schädigung im Material wird in einer bestimmten Anstiegszeit eine Bruchfläche generiert, die um ihre neue Gleichgewichtslage schwingt [81]. Die Anstiegszeit ist als Zeitperiode von der ersten Schwellwertüberschreitung bis zur Maximalamplitude des SE-Signals definiert. Im Allgemeinen

wird die Oszillationsbewegung erzeugter Rissflächen als Anregungsprozess für eine elastische Welle betrachtet. Die Wellenausbreitung, ausgehend von der SE-Quelle in das umgebende Medium, folgt entsprechend einem zeitabhängigen Verschiebungsfeld den Gesetzen der Elastizitätstheorie, sofern die Verschiebungen sehr klein und damit elastisch sind.

Die charakteristische Anstiegszeit ist von den elastischen Eigenschaften des geschädigten Materials und dem vorliegenden Spannungszustand abhängig. Die erzeugte elastische Welle ist demnach eine genaue Abbildung des vorliegenden Schadensmechanismus, was den Einsatz der SE-Analyse so interessant macht. Es gibt bereits einige Versuche, die SE-Quellen theoretisch zu beschreiben. Da die Anstiegszeit gemäß Literatur noch nie erfolgreich gemessen wurde, wird sie typischerweise auf Basis der elastischen Eigenschaften des Materials abgeschätzt.

Ist das Schadensausmaß der Quelle klein im Vergleich zu ihrem Abstand von dem Schallaufnehmer, so wird die SE-Quelle in verschiedenen Modellen vereinfacht als Punktquelle angenommen. In diesem Fall kann der Zusammenhang zwischen der Oberflächenverschiebung  $u_i(\vec{x}, t)$  und der Quelfunktion (Momententensor)  $M_{pq}$  durch folgendes Faltungsintegral definiert werden [4, 82]:

$$u_i(\vec{x}, t) = G_{ipq}(\vec{x}, t) * M_{pq} \quad (2-8)$$

Die Faltung ist durch den mathematischen Operator  $*$  gekennzeichnet. Die Greensche Funktion  $G_{ipq}(\vec{x}, t)$  stellt die Übertragungsfunktion des Mediums dar und beschreibt damit dessen Wirkung auf das Wellenfeld entlang des gesamten Propagationsweges.

Die analytische Berechnung der Quelfunktion als Momententensor erfolgt nicht durch die Verschiebungen, sondern durch die auftretenden Kraftkomponenten als Ursache einer identischen Verschiebungsdiskontinuität bzw. Abstrahlcharakteristik. Um die Quelfunktion mit Hilfe der Inversion des Momententensors zu bestimmen, muss die Greensche Funktion des Mediums bekannt sein. Eine analytische Lösung der Greenschen Funktion kann häufig nur unter der Annahme eines unendlichen Halbraumes berechnet werden, anderenfalls wird sie in der Regel auf numerischem Weg bestimmt. Ohtsu et al. haben demzufolge ein vereinfachtes Verfahren vorgestellt, mit dem die Greensche Funktion und damit die Quelfunktion, unabhängig von der Probengeometrie, für ein unbegrenztes isotropes Medium analytisch bestimmt werden können [83, 84]. Im Bereich der Faserverbundwerkstoffe stößt man damit sehr schnell an Grenzen, da eine Heterogenität des Materials berücksichtigt werden muss. Als weitere Voraussetzungen benötigt man ein kalibriertes Messsystem mit einer möglichst hohen Bandbreite sowie einen experimentellen Aufbau, der eine Lokalisierung der Signalquelle ermöglicht.

Für weitere Details verschiedener Varianten der Momententensorinversion wird auf die Literatur [4, 85, 86] verwiesen. Um eine exakte Abbildung des Experimentes zu gewährleisten, müssen in jedem Fall die Grenzflächen des Propagationsmediums berücksichtigt werden.

### 2.4.2 Wellenformen und Wellenausbreitung

Die Ausbreitung von akustischen Wellen in Festkörpern ist in der Literatur ausführlich und detailliert behandelt [87, 88]. Sofern die akustische Wellenlänge klein gegen die drei Dimensionen des vorliegenden Ausbreitungsmediums ist, wird von einer Wellenausbreitung in unendlich ausgedehnten, ideal-elastischen Festkörpern ausgegangen. Die Welle propagiert in diesem Fall als Volumenwelle und kann mit der dreidimensionalen Elastizitätstheorie beschrieben werden [89]. Läuft eine angeregte akustische Welle durch das umgebende Material, so schwingt jeder Punkt um seine Ruhelage. Die Auslenkung des Punktes wird durch den Verschiebungsvektor  $\vec{u}$  beschrieben.

$$\rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = \frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial x_j}; \quad \sigma_{ij} = \begin{pmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{12} & \sigma_{13} \\ \sigma_{21} & \sigma_{22} & \sigma_{23} \\ \sigma_{31} & \sigma_{32} & \sigma_{33} \end{pmatrix} \quad (2-9)$$

$\rho$  ist die Materialdichte und  $\sigma_{ij}$  der Spannungstensor. Die akustischen Schwingungen sind nicht sehr groß, so dass sie mit Hilfe des Hookeschen Gesetzes beschrieben werden können (2-10). Die idealisierte Annahme einer unendlichen Materialausdehnung vereinfacht die tatsächlich vorhandene diskrete Struktur der Materie.

$$\sigma_{ij} = D_{ijkl} \cdot \varepsilon_{kl} \quad (2-10)$$

Die angegebene Formel verbindet den Spannungstensor  $\sigma_{ij}$  durch den Elastizitätstensor  $D_{ijkl}$  vierter Ordnung mit dem Verzerrungstensor  $\varepsilon_{kl}$ . Die 81 unabhängigen Konstanten des Elastizitätssensors können aufgrund von Symmetrieüberlegungen des Spannungs- bzw. Verzerrungstensors auf 21 unabhängige Elemente für einen anisotropen Körper reduziert werden. Unter Anwendung der Voigtschen Notation können der Spannungs- bzw. Verzerrungstensor als Vektor geschrieben werden, die über eine quadratische 6x6-Matrix miteinander verbunden sind.

Mit Hilfe der Lamé-Konstanten  $\mu$  und  $\lambda$ , die die elastischen Eigenschaften eines isotropen Körpers beschreiben, lassen sich die Elemente des Elastizitätstensors vereinfacht darstellen und man erhält:

$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{12} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{31} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \lambda + 2\mu & \lambda & \lambda & 0 & 0 & 0 \\ \lambda & \lambda + 2\mu & \lambda & 0 & 0 & 0 \\ \lambda & \lambda & \lambda + 2\mu & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 2\mu & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 2\mu & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2\mu \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ \varepsilon_{12} \\ \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{31} \end{pmatrix} \quad (2-11)$$

Mit Hilfe dieser Überlegung erhält man aus (2-9):

$$\rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = (\lambda + \mu) \nabla (\vec{\nabla} \cdot \vec{u}) + \mu \Delta \vec{u} \quad (2-12)$$

Hierbei ist  $\vec{\nabla} = \left( \frac{\partial}{\partial x_1}, \frac{\partial}{\partial x_2}, \frac{\partial}{\partial x_3} \right)$  der Nabla-Operator und  $\Delta = \left( \frac{\partial^2}{\partial x_1^2}, \frac{\partial^2}{\partial x_2^2}, \frac{\partial^2}{\partial x_3^2} \right)$  der Laplace-Operator.

Im isotropen Festkörper wird die Bewegungsgleichung der Schallwellenausbreitung durch das Helmholtz-Theorem gelöst. Die Lösung kann aus der Summe eines skalaren Potentials und eines quellenfreien Vektorpotentials dargestellt werden [90].

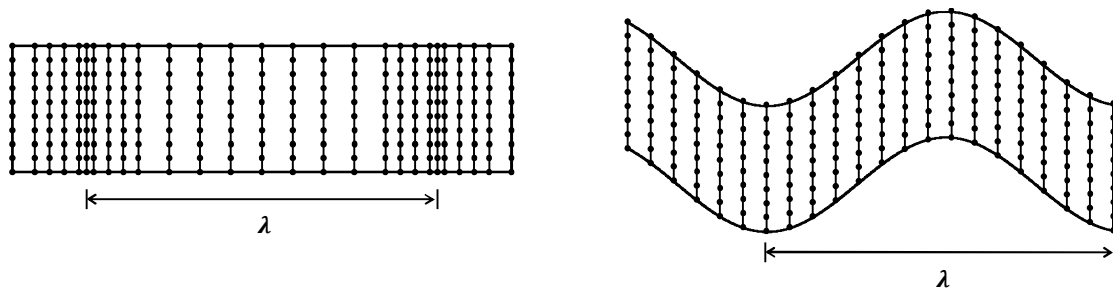
$$\vec{u} = \vec{u}_1 + \vec{u}_2 = \nabla \Phi + \vec{\nabla} \times \vec{\Psi} \quad (2-13)$$

Das Helmholtz-Theorem enthält damit als Lösung zwei unabhängige Wellendifferentialgleichungen, die in eine Longitudinalwelle (2-14) und eine Transversalwelle (2-15) unterschieden werden können.

$$\Delta \Phi = \frac{1}{c_L^2} \frac{\partial^2 \Phi}{\partial t^2} \quad (2-14)$$

$$\Delta \vec{\Psi} = \frac{1}{c_T^2} \frac{\partial^2 \vec{\Psi}}{\partial t^2} \quad (2-15)$$

Die Bezeichnung der akustischen Welle bezieht sich auf die Orientierung der Teilchenbewegung an der Ausbreitungsrichtung und wird anhand von Abbildung 2 - 17 erläutert.



**Abbildung 2 - 17:** Longitudinal polarisierte Welle (links) und transversal polarisierte Welle (rechts) (nach [13])

Bei der Longitudinalwelle schwingen die Teilchen in Richtung der sich ausbreitenden Welle, während sich die Teilchen bei der Transversalwelle senkrecht dazu bewegen. Die Schallgeschwindigkeiten der Longitudinalwelle  $c_L$  und der Transversalwelle  $c_T$  sind von den elastischen Eigenschaften des isotropen und unendlich ausgedehnten Ausbreitungsmediums in Form des Elastizitätsmoduls  $E$  und der Poisson-Zahl  $\nu$  sowie der Dichte  $\rho$  abhängig.

$$c_L = \sqrt{\frac{E(1-\nu)}{\rho(1+\nu)(1-2\nu)}} \quad (2-16)$$

$$c_T = \sqrt{\frac{E}{2\rho(1+\nu)}} \quad (2-17)$$

Sind die Longitudinal- und Transversalwellengeschwindigkeit sowie die Dichte eines isotropen Materials bekannt, so kann das linear-elastische Verhalten eines Körpers komplett beschrieben werden.

Beide Wellenarten bewegen sich unabhängig voneinander durch das Medium. Akustische Wellen mit reinem longitudinalem oder transversalem Charakter treten nur in idealisierten (unendlich ausgedehnten) Festkörpern auf. Die Ausbreitungsgeschwindigkeiten einer Longitudinal- oder Transversalwelle entsprechen der Phasengeschwindigkeit einer monochromatischen ebenen Welle. Die Phasengeschwindigkeit  $c_{ph}$  definiert die Geschwindigkeit, mit der sich die Phasen der Welle, wie z.B. die Maximalamplituden, ausbreiten:

$$c_{ph} = \frac{\omega(k)}{k} \quad (2-18)$$

$\omega$ : Kreisfrequenz,  $k$ : Wellenvektor

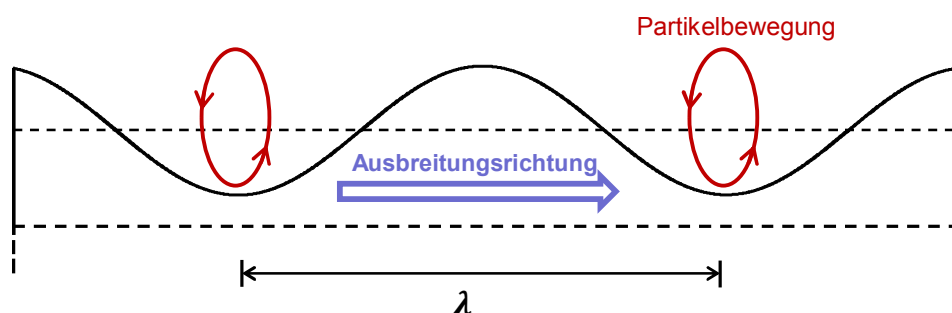
Mit Hilfe der Phasengeschwindigkeit kann die Wellenlänge einer Schallwelle bestimmt werden. Die Gruppengeschwindigkeit  $c_G$  beschreibt hingegen den Energie- und Infor-

mationsfluss der Welle (2-19). Sie zeigt die Laufzeit der spektralen Signalbestandteile in Abhängigkeit von der Frequenz auf.

$$c_G = \frac{\partial \omega(k)}{\partial k} \quad (2-19)$$

Die Ausbreitung einer Volumenwelle ist im Vergleich zu anderen Wellentypen einem nur schwach ausgeprägten dispersiven Charakter ausgesetzt.

Neben den Materialeigenschaften beeinflussen vor allem die geometrischen Verhältnisse des Körpers die Ausbreitung der akustischen Wellen. Sind die Abmessungen wie bei realen Bauteilen in eine Richtung stark begrenzt (wie bei fast allen plattenähnlichen Leichtbaukonstruktionen), so interferieren einfallende und reflektierte Wellen. An der freien Grenzfläche eines elastischen, isotropen Halbraumes bilden sich neben den Volumenwellen zusätzliche Oberflächenwellen aus. Diese breiten sich nach einer auftretenden Reflexion an der Oberfläche aus. Love-Wellen bilden sich lediglich in geschichteten Materialien und sind für diese Arbeit nicht weiter relevant. Rayleigh-Wellen entstehen hingegen auch zwischen zwei homogenen elastischen Halbräumen. Ein mathematisches Modell wurde erstmals 1885 von Rayleigh aufgestellt [91]. Der Verschiebungsvektor kann bei Oberflächenwellen aufgrund der Randbedingungen nicht mehr in zwei separate Anteile zerlegt werden. An einer Grenzfläche können die Teilchen entweder senkrecht zur Ausbreitungsrichtung (transversaler Anteil) oder parallel zu ihr (longitudinaler Anteil) schwingen. Ein einzelner Massepunkt beschreibt eine retrograde Ellipse (siehe Abbildung 2 - 18), wobei die Amplitude der Welle exponentiell mit der Tiefe abnimmt und die Eindringtiefe ungefähr einer Wellenlänge entspricht.

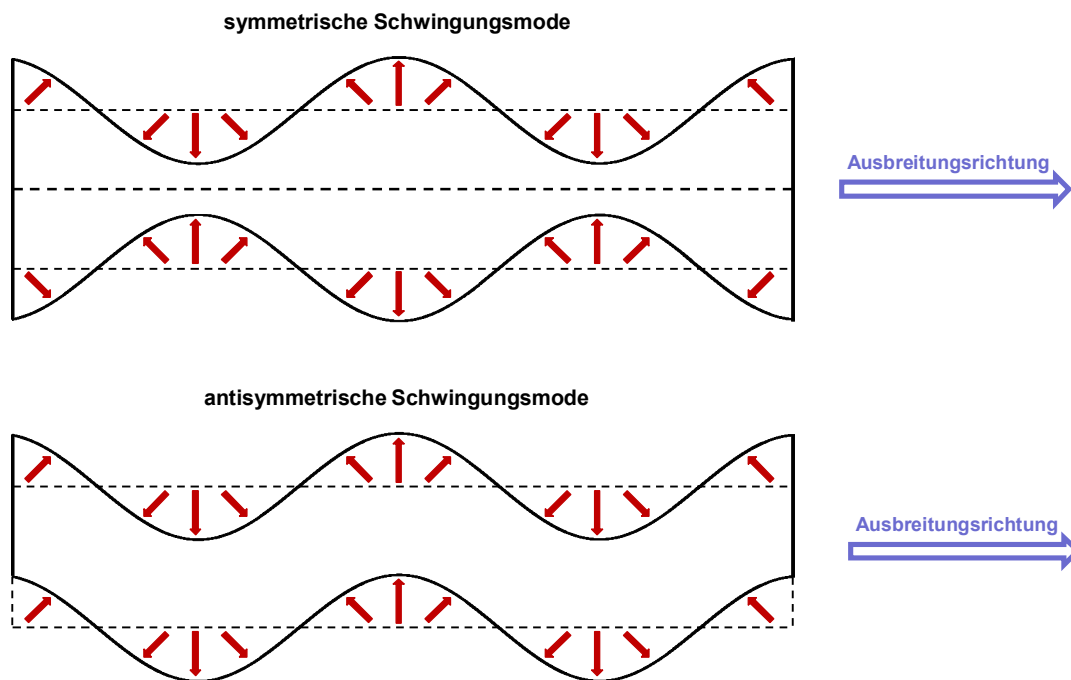


**Abbildung 2 - 18:** Schwingungsbewegung einer retrograd polarisierten Rayleigh-Welle (nach [13])

Wie die bereits beschriebenen Volumenwellen, haben auch die Rayleigh-Wellen keinen dispersiven Charakter. Das heißt, dass auch ihre Ausbreitungsgeschwindigkeit im Material von der Anregungsfrequenz unabhängig ist. Eine Rayleigh-Welle kann nur bei ausreichend dicken Körpern senkrecht zur Oberfläche entstehen. Existieren auf beiden Seiten des Volumens planparallele Begrenzungen, so werden beide Wellentypen der

Volumenwellen unter unterschiedlichen Winkeln mehrfach reflektiert und wandeln sich ineinander um. Interferieren die einzelnen Wellen nach einem gewissen Zeitfenster mit einer Vielzahl an Reflexionen wieder konstruktiv, so sind die angeregten Wellenarten in einem stabilen Zustand und man spricht von einer geführten Welle oder auch einer Lambwelle [92].

Aufgrund der endlichen Ausdehnung des Wellenleiters unterscheidet man symmetrische Moden (Kompressions- oder Dehnungswellen) sowie antisymmetrische Moden (Biegewellen) (siehe Abbildung 2 - 19). Die symmetrischen Moden sind mit  $S$  bezeichnet, die antisymmetrischen Moden mit  $A$ . Der Index gibt die jeweilige Modenordnung an. Es ist erkennbar, dass bei den  $S_i$ -Moden die vertikale Verschiebung in Bezug auf die gestrichelt eingezeichnete Mittelebene symmetrisch ist, während sich die Auslenkungen bei den  $A_i$ -Moden asymmetrisch verhalten.

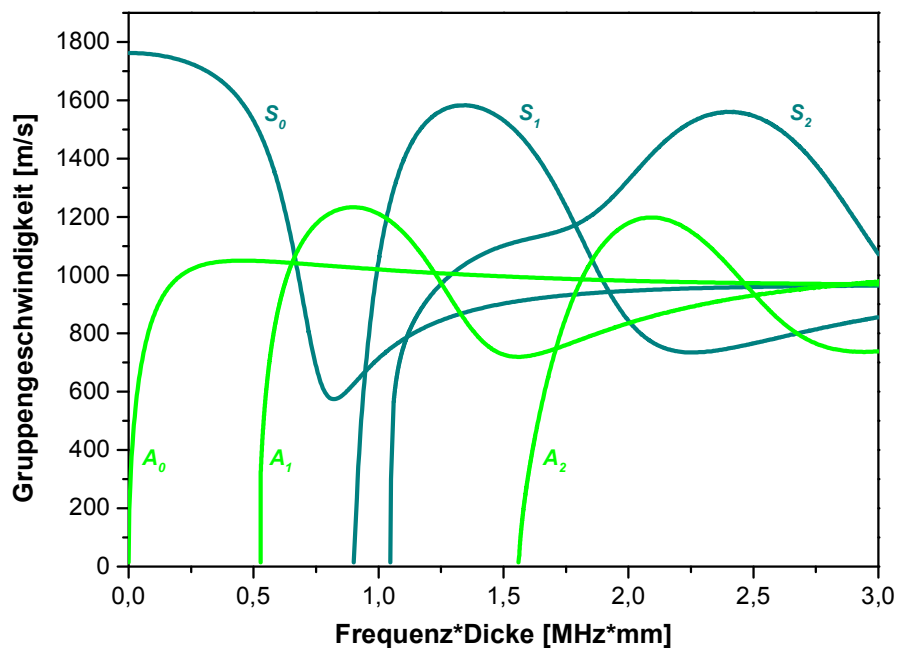


**Abbildung 2 - 19:** Darstellung der symmetrischen  $S_i$  und antisymmetrischen  $A_i$  Schwingungsmoden (nach [13])

Beide Wellentypen breiten sich unabhängig voneinander mit unterschiedlichen Phasengeschwindigkeiten aus. Löst man die Gleichungssysteme für den symmetrischen und asymmetrischen Lambwellenansatz, so lässt sich eine Frequenzabhängigkeit der Schallgeschwindigkeit der akustischen Wellen erkennen. Die akustischen Wellen haben nicht länger identische Phasen- und Gruppengeschwindigkeiten und zeigen daher einen dispersiven Charakter.



Das Auftreten der Schalldispersion führt zu einer Aufteilung der Wellenpakete. Dieses frequenzabhängige Verhalten ist in Abbildung 2 - 20 in Form eines Dispersionsdiagramms am Beispiel des Epoxidharzes Epikote dargestellt. Die Phasengeschwindigkeit wurde über die nötigen Parameter ( $E = 3,25 \text{ GPa}$ ,  $\nu = 0,30$ ,  $\rho = 1,15 \text{ g/cm}^3$ ) berechnet ist gegen das Produkt von der Frequenz und der Probendicke aufgetragen.



**Abbildung 2 - 20:** Diagramm von Lambwellen-Dispersionskurven am Beispiel des Epoxidharzes Epikote

Unterhalb spezieller Grenzfrequenzen und damit für niedrige Produktwerte, sind lediglich Anregungen der Grundschnungen möglich. Für hohe Frequenzen oder dicke Platten nähern sich die beiden Grundmoden asymptotisch der Geschwindigkeit der Rayleigh-Welle an. Steigt das Frequenz-Dicken-Produkt, so werden im Material höhere Wellenmoden angeregt, welche sich mit unterschiedlichen Geschwindigkeiten ausbreiten. Die Signalauswertung wird dadurch deutlich komplexer. Die Kenntnis des Dispersionsverhaltens trägt daher zu einer verbesserten Modenidentifikation bei [88]. Im Falle von Faserverbundwerkstoffen sind die mechanischen Eigenschaften aufgrund der vorliegenden Anisotropie richtungsabhängig. Die Ausbreitungsrichtung hat somit einen Einfluss auf das jeweilige Dispersionsverhalten. Die auftretenden Grundschnungen sind für die Auswertung von SE-Signalen besonders interessant, da durch das Verhältnis der Grundmoden Aussagen über die Schädigungsart sowie die Position der Schädigung getroffen werden können [13, 93].

### 2.4.3 Aufzeichnung und Analyse akustischer Signale

Grundsätzlich unterscheidet man bei der Auswertung von SE-Signalen zwei unterschiedliche Verfahren. Bei der parameterbasierten (qualitativen) Analyse werden lediglich einzelne charakteristische Parameter aus der registrierten Wellenform extrahiert und gespeichert. So werden am häufigsten die besonders aussagekräftigen Parameter wie die Maximalamplitude und die Energie der akustischen Welle oder auch der Zeitpunkt der Schwellwertüberschreitung erfasst. Bei der qualitativen Analyse sind die gering anfallenden Datenmengen sehr vorteilhaft, jedoch ist die stark reduzierte Betrachtung der Schallwelle mit einem erheblichen Informationsverlust verbunden. [4]

Die Aufzeichnung und Auswertung kompletter Wellenformen ist seit Anfang der 70er Jahre möglich. Mehan und Mullin nutzten ein Magnetband als Datenträger [94]. Die Informationsspeicherung erfolgte durch die Magnetisierung einer schmalen Kunststoffolie, auf der ein magnetisierbares Material (z.B. Eisen- oder Eisenoxidkristalle) aufgebracht ist.

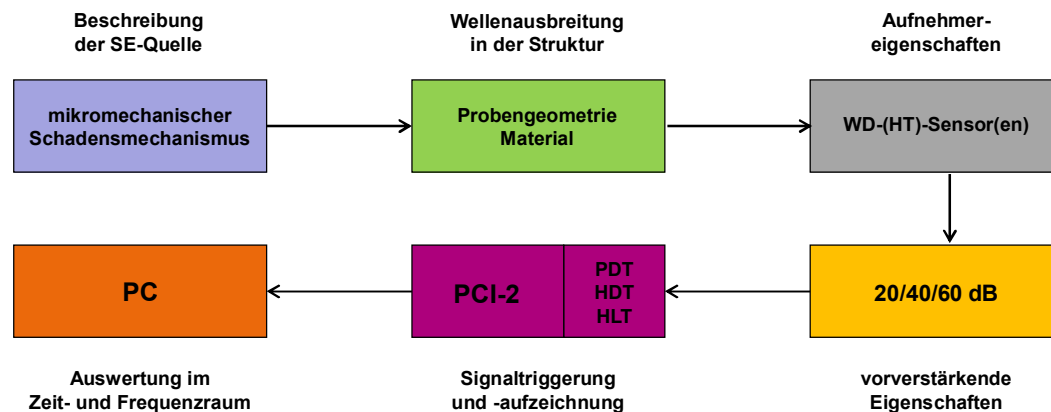
Das größte Problem der SE-Analyse war die Verwaltung und Aufbereitung der extrem großen Datenmengen. Erst mit fortschreitender Entwicklung der digitalen Signalverarbeitung in Kombination mit leistungsfähigeren Messrechnern war es ab Mitte der 90er Jahre möglich, komplexe Wellenformen mit ausreichender Geschwindigkeit aufzuzeichnen und auszuwerten. In diesem Fall spricht man von einer signalbasierten (quantitativen) Analyse, bei der das gesamte transiente SE-Signal als digitalisierte Wellenform aufgezeichnet wird. Heutzutage können SE-Ereignisse über sehr große Zeiträume von einigen Minuten bis zu wenigen Stunden kontinuierlich aufgenommen werden [95, 96]. Die Messdaten werden generell in-situ aufgenommen und können im Anschluss durch komplexe Methoden umfassend analysiert werden. Die Verwendung der signalbasierten Analyse war in den 80er Jahren Grundlage der Arbeiten von Scruby (1985) [97] oder auch Sachse und Kim (1987) [98]. Ohtsu (1988) [99] und Grosse (1996) [100] vertieften die Methode in ihrer Anwendung auf dem Gebiet der zerstörungsfreien Prüfung.

Die aufgezeichneten SE-Ereignisse können von kontinuierlicher oder diskreter Natur sein. Kontinuierliche Messsignale zeichnen sich durch eine niedrige, stark schwankende Amplitude aus und können nicht in einzelne Ereignisse aufgelöst werden. Sie sind auf ein elektrisches Rauschen der Messelektronik sowie Störsignale der Messapparatur zurückzuführen. Diskrete Messsignale hingegen sind durch eine höhere Anfangsamplitude und einen bestimmten Anfangs- und Endzeitpunkt klar definiert und heben sich deutlich von einem kontinuierlichen Grundrauschen ab. Mögliche Quellen sind sehr schnelle mikroskopische Positionsänderungen im Material, wie z.B. die Rissentstehung, der Rissfortschritt oder auch diskontinuierliche Bruchereignisse.

Bei der Aufnahme von SE-Signalen unterscheidet man zwischen Resonanz- und Breitbandaufnehmern. Resonanzaufnehmer arbeiten im Bereich ihrer Eigenfrequenzen sehr sensitiv. Ist eine hohe Frequenzbandbreite bei der Messung wünschenswert, so wählt man als Variante die Breitbandaufnehmer. Sie besitzen auf der einen Seite mehrere Resonanzfrequenzen und decken daher ein breiteres Frequenzspektrum ab, was jedoch auf der anderen Seite die Empfindlichkeit der Sensoren herabsetzt. Die Empfindlichkeit der Aufnehmer ist den jeweiligen Kalibrierkurven zu entnehmen.

Für die Messung von akustischen Signalen werden heutzutage fast ausschließlich piezoelektrische Sensoren verwendet, welche mit Hilfe eines Koppelmittels auf der Probenoberfläche angebracht werden. Die Eigenschaften und die Menge des Koppelmittels beeinflussen stark die Güte des Messsignals, so dass beim Anbringen der Sensoren auf dem Probenkörper reproduzierbare Bedingungen von großer Wichtigkeit sind [101, 102]. Piezosensoren sind robust, leicht zu handhaben, und zeichnen sich durch das Angebot vieler günstiger Varianten aus. Welche Moden und Resonanzfrequenzen angeregt werden, hängt von der Geometrie und dem Material des piezoelektrischen Elements ab. Es besteht meist aus Blei-Zirkon-Titanat (PZT), einem dielektrischen Kristall mit fehlendem Symmetriezentrum. Bei Ankunft einer akustischen Welle werden im PZT durch eine zeit- und ortsabhängige Deformation Ladungen getrennt. Die elektrische Polarisierung führt zu einer Spannung, die von dem schwingungsfähigen System abgegriffen werden kann. Das PZT ist in Probenrichtung durch eine Abdeckung geschützt. Neben einem Füllmaterial ist die Piezokeramik von akustisch isolierendem Polytetrafluorethylen (PTFE) umgeben. Beide haben die Funktion, das ankommende SE-Signal zu dämpfen, wodurch Reflexionen aufgrund von auftretenden Eigenresonanzen des Aufnehmers verhindert werden. Für eine detailliertere Beschreibung der SE-Sensoren wird auf [13] verwiesen.

Ein ausgelöstes akustisches, transientes Signal muss nach der Ausbreitung im Probenmaterial in seiner Signalamplitude einen Spannungsschwellwert erreichen oder übertreffen, um als SE-Signal registriert zu werden. Der genaue Verlauf der Messkette einer parameterbasierten Analyse ist in Abbildung 2 - 21 dargestellt.



**Abbildung 2 - 21:** Darstellung der Messkette einer parameterbasierten SE-Analyse

Die gemessenen Potentialdifferenzen des piezoelektrischen Elements sind in der Regel relativ klein, weshalb das elektrische Ausgangssignal verstärkt wird. Im Vorverstärker kann auch ein Bandpassfilter verbaut sein, um bereits an diesem Punkt der Messkette unerwünschte Frequenzen zu eliminieren. Zusätzlich müssen die Messsignale auch unterschiedliche Trigger-Einstellungen (HDT, PDT, HLT) der Software erfüllen, damit ausschließlich sie mit dem Messprogramm aufgezeichnet werden und erfasste Störsignale größtenteils unterdrückt werden.

### Peak Definition Time (PDT)

Die PDT dient der Ermittlung der Maximalamplitude und beginnt mit dem Überschreiten des Spannungsschwellwertes. Wird nach Ablauf der PDT ein höherer Amplitudenwert festgestellt, so ist die Maximalamplitude neu festgelegt und vorherige Werte werden verworfen. Die PDT kann nicht beliebig reduziert werden, da sonst das Maximum der Schallwelle nicht korrekt erfasst wird.

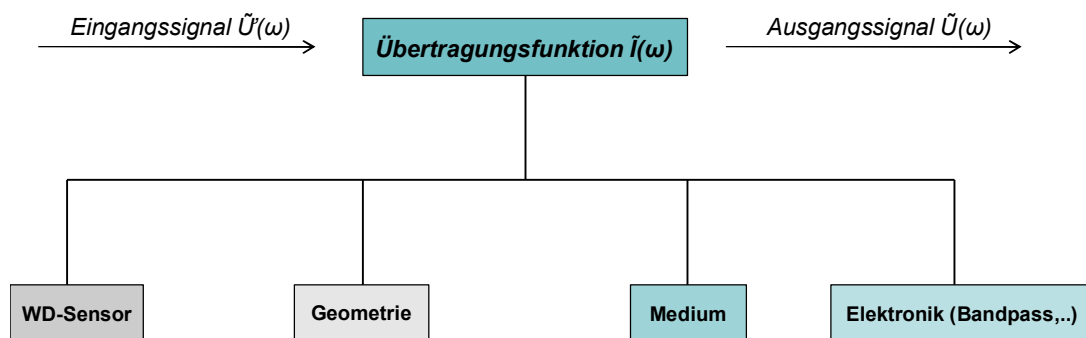
### Hit Definition Time (HDT)

Die HDT beginnt wie auch die PDT mit dem Überschreiten des Spannungsschwellwertes und definiert das Signalende einer SE-Messung. Wird innerhalb der HDT keine weitere Schwellwertüberschreitung registriert, so ist der zeitliche Verlauf der Welle festgelegt. Eine zu große HDT kann einen Überlapp unabhängiger Signale bedeuten, während eine zu kleine HDT durch einen verfrühten Abbruch der Aufzeichnung zu Signalverlusten führen kann.

### Hit Lockout Time (HLT)

Die HLT schließt direkt an die HDT an. Erst nach Ablauf dieser Zeitspanne können Messsignale nach einer erneuten Schwellwertüberschreitung neu erfasst werden. Die Aufzeichnung reflektierter oder auch verspäteter Schallwellenanteile kann bei einer geeigneten Größenordnung der HLT unterbunden werden.

Jedes SE-Signal hat einen für sich einzigartigen charakteristischen Verlauf. Die Wellenform wird durch den eigentlichen Bruchvorgang sowie dessen Materialumgebung bestimmt. Jedoch prägen auch die gesamten Komponenten der Messkette (Sensoran-kopplung, Sensor, Kabel, Vorverstärker, Filter, Prozess der Digitalisierung) zwischen Quelle und endgültiger Signalforn das ursprüngliche Messsignal [5]. Diese Veränderung aufgrund der gesamten Prozesskette wird durch die Übertragungsfunktionen der am Messsystem beteiligten Komponenten analog zu Abbildung 2 - 22 beschrieben [4, 103].



**Abbildung 2 - 22:** Beiträge der verschiedenen Transferfunktionen zum eigentlichen Messsignal

Die Antwort des Messsystems stellt das mit den Übertragungsfunktionen der jeweiligen Komponenten des Laufweges und der Messtechnik gefaltete Eingangssignal in der Zeitdomäne dar. Das Faltungsintegral kann im Frequenzraum durch eine einfache Multiplikation der Spektren ersetzt werden. Im Bereich der SE-Analyse lässt sich die Abhängigkeit des ursprünglichen vom letztlich aufgezeichneten SE-Signal folgendermaßen ausdrücken:

$$\tilde{U}(\omega) = \tilde{U}'(\omega) \cdot \tilde{I}(\omega) = \tilde{U}'(\omega) \cdot \tilde{I}_{\text{Sensor}}(\omega) \cdot \tilde{I}_{\text{Geometrie}}(\omega) \cdot \tilde{I}_{\text{Medium}}(\omega) \cdot \tilde{I}_{\text{Elektronik}}(\omega) \quad (2-20)$$

Im Allgemeinen ist es möglich, die Transferfunktion jeder Komponente des Messsystems separat zu ermitteln und durch eine mathematische Entfaltung (Dekonvolution) die tatsächliche SE-Quelle darzustellen. Die Einflüsse des Mediums und der Geometrie lassen sich dabei nur schwer separieren. Die Übertragungsfunktionen werden in der Messpraxis oft unterschiedlich gewichtet, da die einzelnen Komponenten der Messkette einen sehr unterschiedlichen Einfluss auf das ursprüngliche Signal aufweisen.

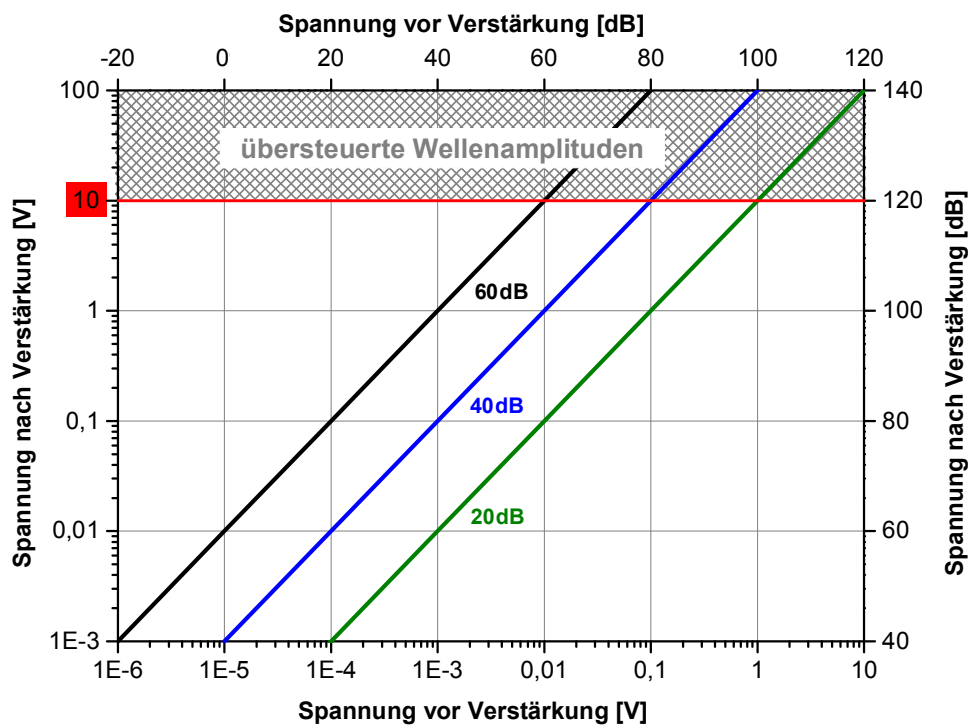
### 2.4.4 Grenzen der Messtechnik

Die beschriebenen Verfahren zum Aufnehmen von akustischen Signalen basieren darauf, dass die Amplitude eines SE-Ereignisses einen bestimmten Schwellwert übertreffen muss. Er ist damit eine der kritischen Größen bei der Aufnahme von SE-Signalen. Versuche von Hamstad [104] zeigen, dass ein Senken des Schwellwertes (unter Ausschluss des natürlichen Rauschens) bei makroskopischen Proben zu einem exponentiellen Anstieg der detektierten SE-Ereignisse führt.

In konventionellen Systemen wird die Signalverstärkung in Dezibel angegeben. Die Umrechnung wird an folgender Formel verdeutlicht:

$$u_{max}[dB] = 20 \cdot \log_{10} \left( \frac{u_{max}[V]}{1\mu V} \right) \quad (2-21)$$

Aus Abbildung 2 - 23 kann man die Spannungen vor und nach der Verstärkung herauslesen.



**Abbildung 2 - 23:** Umrechnungsdiagramm zwischen der Spannung am Sensorausgang und der verstärkten Spannung

Das Eingangssignal wird für gewöhnlich mit 20 / 40 / 60dB verstärkt, was einem Faktor von 10-1000 entspricht. Der Messbereich der Signalspannung ist durch den Analog/Digital(A/D)-Wandler begrenzt. Der verwendete A/D-Wandler weist eine Signalspannung von maximal 10V nach der Verstärkung auf (rote Linie in Abbildung 2 - 23). Um Signalübersteuerungen zu vermeiden, können die auftretenden Maximal-

amplituden der Signale an den vorgegebenen Bereich durch eine geeignete Wahl des Vorverstärkungsfaktors angepasst werden. Befindet sich die verstärkte Spannung in dem grau hinterlegten Bereich aus Abbildung 2 - 23, so sind die Signale übersteuert.

Die Festlegung des Verstärkungsfaktors stellt bei Messungen mit variierenden Signalamplituden eine große Herausforderung dar. Pull-Out-Messungen sind ein entsprechendes Beispiel. Um die Möglichkeit einer Aufnahme von kleinsten Emissionen der Mikrorissbildung des Faser-Matrix-Debondings oder der Reibung beim Auszug der Faser zu schaffen, muss auf der einen Seite eine möglichst hohe Vorverstärkung gewählt werden. Auf der anderen Seite kann die gleiche Vorverstärkung ein Übersteuern des Pull-Out-Signals bei dem Auszug der Faser aus der Matrix mit sich bringen. Des Weiteren kann es bei entsprechend niedrigen Filtereinstellungen passieren, dass das stets vorhandene Rauschen nicht mehr unterdrückt werden kann.

Ähnlich problematisch ist die Behandlung von akustischen Signalen, die bereits vor der Signalverstärkung die angepasste Amplitudenbegrenzung des Vorverstärkers überschritten haben. Ist das der Fall, müssen die Signalamplituden dem gültigen Spannungsbereich angepasst werden. Der Amplitudenverlauf der Schallwelle ist also bereits vor der Vorverstärkung übersteuert, liegt aber nach der Vorverstärkung im vorgesehenen Bereich von  $\pm 10$  V. Die akustischen Signale erscheinen in ihrem zeitlichen Verlauf keinesfalls abgeschnitten, es erreichen lediglich viele Wellenmaxima eine fast identische Spannung. Ihre Amplitudenwerte sind dem Darstellungsfenster angepasst und variieren über die Zeit nur sehr wenig.

Eine weitere Schwierigkeit ist die fehlende Hochtemperatur-Stabilität der piezoelektrischen Sensoren. Hohe Temperaturen können die Piezokeramik des Sensors schädigen, wodurch eine Übertragung der akustischen Welle fehlerbehaftet oder gar nicht mehr möglich ist. Verbesserte Herstellungsprozesse garantieren einen Einsatz von Sensoren bei Temperaturen um 180 °C. Dieser Bereich wird von dem in dieser Arbeit verwendeten Polymer RTM6 während des Aushärteprozesses erreicht. Die Sensoren werden daher stetig auf Defekte überprüft, indem die Reproduzierbarkeit des Sensorspektrums überprüft wird. Außerdem werden die SE-Messungen in dieser Arbeit bei Raumtemperatur durchgeführt, da eine hohe Temperatur zu veränderten Geometrien und damit zu einem veränderten Transmissionsverhalten des Sensors führen kann.

Weitere Herausforderungen ergeben sich bei Betrachtung der elektrischen Signalumwandlung bzw. Digitalisierung sowohl im zeitlichen Messbereich der akustischen Messungen als auch in Bezug auf die Amplitudenschwankungen. Entlang der Zeitachse führt eine zu geringe Abtast- bzw. Samplingrate zu einer begrenzten Genauigkeit der Analog/Digital-Wandlung. Dieser Fehler wird durch die Wahl einer höheren Abtastrate vermieden, jedoch ist eine beliebige Verkleinerung des Abtastintervalls durch das Fre-

quenzspektrum des verwendeten Sensors und auch durch begrenzte Speicherplätze und Prozessorgeschwindigkeiten limitiert. Hinsichtlich der Digitalisierung der Amplitudenhöhe stößt man bei leisen SE-Ereignissen an Grenzen, da der Messbereich der Signalspannung des A/D-Wandlers eine hohe Bandbreite von  $\pm 10\text{V}$  abdeckt und daher eine geringe Amplitude aufgrund von wenigen Digitalisierungsstufen schlecht aufgelöst wird.

Wie bereits erwähnt, ist durch die Definition der HDT die Länge der aufgezeichneten SE-Signale konstant und passt sich nicht der tatsächlichen Länge der akustischen Welle an. Ist die Wahl der HDT zu lang, so kommt es zu mehreren Schwellwertüberschreitungen und das registrierte Schallereignis wird verworfen. Wird die HDT zu kurz gewählt, so sind sehr lange Emissionen nicht im definierten Aufzeichnungsfenster darstellbar. Die Signale werden zu früh abgeschnitten, was mit erheblichen Informationsverlusten und Fehlinterpretationen verbunden ist.

Die SE-Analyse stößt noch an weitere Grenzen. Eine Überlagerung der unterschiedlichen Wellenarten bzw. auftretende Modenkonversionen und Reflexionen verfälschen die tatsächliche Wellenform. Die vielen Grenzflächen in Faserverbundwerkstoffen verändern die Welle auf ihrem Weg vom eigentlich auftretenden Defekt bis zum Aufnehmer im hohen Maße. Auch die Dämpfung und die Dispersion des akustischen Signals machen eine qualitative SE-Analyse bei großen Ausbreitungsstrecken wenig aussagekräftig. Diese Schwierigkeiten spielen für die in dieser Arbeit durchgeführten Messungen keine wesentliche Rolle, so dass sie nicht weiter behandelt werden.

### **2.4.5 Lokalisierung auftretender Schadensmechanismen**

Die Grundlage für die Lokalisierung stellt die Arbeit von Geiger über die Ortung von Erdbebenherden aus dem Jahr 1910 dar [105]. Die Lokalisierung der SE-Ereignisse ist mittlerweile ein wesentliches Element der signalbasierten Schadensanalyse in Faserverbundwerkstoffen. Zum einen ist es oft sehr ratsam, nur den lokalisierten Teil der aufgezeichneten Signale genauer zu untersuchen. Zum anderen ist die Lokalisierung ein entscheidendes Werkzeug für die zerstörungsfreie Prüfung, insbesondere für das Structural Health Monitoring (SHM). Der genaue Zustand der Bauteile kann damit online überwacht werden und auftretende Schädigungen können möglicherweise schnell behoben werden. Eine zusätzliche Möglichkeit bietet eine mikroskopische Untersuchung der lokalisierten Schädigungen im Material. Außerdem ermöglicht es die Lokalisierung, Störsignale mechanischer Werkstoffprüfungen, die außerhalb der relevanten Messlänge ihren Ursprung haben (z.B. im Bereich der Probeneinspannung), räumlich auszufiltern.



Eine Möglichkeit der Lokalisierung beruht auf dem Ansatz, die unterschiedlichen Ankunftszeiten einer ausgelösten Schallwelle an verschiedenen Sensoren zu bestimmen. Unter der Voraussetzung, dass sowohl die einzelnen Sensorpositionen als auch die Schallgeschwindigkeit  $c$  im Material bekannt ist, kann die Position der Schallquelle mit Hilfe eines Lokalisierungsalgorithmus ermittelt werden.

Die Lokalisierung der Signalquelle beruht auf der Berechnung von Hyperbeln (siehe Gleichung (2-22)), die die möglichen Positionen der auftretenden Schädigung für eine Differenz der Ankunftszeiten  $\Delta t = (t_i - t_0)$  eines ausgewählten Sensorpaares darstellen.

$$|\vec{r}_i - \vec{r}_0| = c \cdot (t_i - t_0) \quad (2-22)$$

$\vec{r}_0$ : Entstehungsort der Signalquelle

$\vec{r}_i$ : Position des i-ten Empfängers

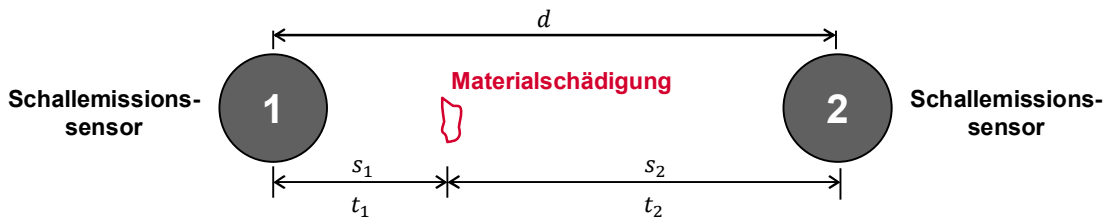
Der Zeitpunkt der Initiierung des SE-Signals ist zunächst nicht bekannt, so dass für eine n-dimensionale Lokalisierung n+1 Sensoren verwendet werden müssen. Der Schnittpunkt der Hyperbeln liefert die Position der SE-Quelle. Die größte Herausforderung der Lokalisierung besteht in der konsistenten Bestimmung des Ersteinsatzes bzw. der Ankunftszeit eines transienten SE-Signals [106]. Diese ist stark fehlerbehaftet, da der Ersteinsatz des SE-Signals eine Folge der Überschreitung des Schwellwertes ist, welcher dem System vorgegeben wird und frei gewählt werden kann. Folglich liegt im Allgemeinen eher eine Schnittfläche als ein exakter Schnittpunkt der Hyperbeln vor.

Im Vergleich zu isotropen Werkstoffen wie Metallen liegt in Faserverbundwerkstoffen eine gewisse Anisotropie vor, was zur Messung von unterschiedlichen Schallgeschwindigkeiten je nach Raumrichtung führt. Weitere Komplikationen kann es durch das dispersive Verhalten der akustischen Wellen geben. Die symmetrische  $S_0$ -Mode hat im Allgemeinen eine höhere Schallgeschwindigkeit als die antisymmetrische Grundmode  $A_0$ , so dass diese bei der Detektion der Welle als erstes auftritt. Außerdem können die Amplituden von SE-Signalen der gleichen Schädigungsart deutlich variieren, was zusammen mit der stark auftretenden Dämpfung der akustischen Welle in Faserverbundwerkstoffen die Detektion an allen Sensoren und die damit verbundene Lokalisierung erheblich erschwert.

Die Lokalisierung der hyperbolischen Ortung ist innerhalb der Fläche, die von den verwendeten Sensoren aufgespannt wird, sehr gut umsetzbar und genau. Problematisch sind jedoch Schädigungen, wie beispielsweise Ermüdungsbrüche an Bohrungen und Verschraubungen, die größtenteils außerhalb der abdeckenden Sensorfläche im Bereich der Kanten und Ecken des Probenkörpers entstehen.

Andere wichtige Methoden wie das Hinkley-Kriterium [107] oder die Hilbert-Transformation [108] gewährleisten eine höhere Genauigkeit der Lokalisierung. In dieser Arbeit wird jedoch lediglich eine triviale eindimensionale Lokalisierung benötigt, so dass an dieser Stelle auf weiterführende Literatur verwiesen wird [109].

Im Fall der eindimensionalen Lokalisierung (siehe Abbildung 2 - 24) kann der Ursprung eines SE-Ereignisses auf einer geraden Verbindungslinie zwischen zwei Sensoren, die sich im Abstand  $d$  voneinander befinden, bestimmt werden [4]:



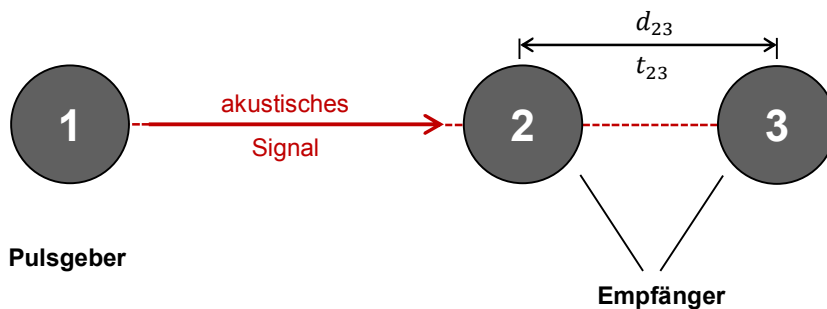
**Abbildung 2 - 24:** Schematische Darstellung einer eindimensionalen Lokalisierung

Aufgrund der bekannten materialabhängigen Schallgeschwindigkeit  $c$  sowie der Ankunftszeiten des Signals am jeweiligen Sensor ( $t_1$  und  $t_2$ ) kann die Position  $s_0$  sowie der Zeitpunkt  $t_0$  des SE-Ereignisses über folgende Formeln ermittelt werden:

$$c(t_1 - t_0) = s_2 \quad (2-23)$$

$$c(t_2 - t_0) = s_1 \quad (2-24)$$

Zur Berechnung der Schallgeschwindigkeit eignet sich eine Sensorkette von drei Sensoren (siehe Abbildung 2 - 25). Während der erste Sensor als Emitter eines definierten Pulses fungiert, lässt sich durch den Laufzeitunterschied des registrierten Signals zwischen den beiden anderen Sensoren sowie deren Abstand die Schallgeschwindigkeit berechnen ( $c = d_{23}/\Delta t_{23}$ ).



**Abbildung 2 - 25:** Mögliche Sensoranordnung zur Bestimmung der Schallgeschwindigkeit

Zwischen den aufnehmenden Sensoren empfiehlt sich eine große Distanz, um die Genauigkeit der Bestimmung der Schallgeschwindigkeit zu erhöhen. Eine fehlerbehaftete Bestimmung der Ankunftszeit hat bei dieser Sensoranordnung keinen folgeschweren Einfluss, da die Kriterien für die Bestimmung des Ersteinsatzes für beide Sensoren völlig identisch sind. Um die Messung der Schallgeschwindigkeit zu vereinfachen, wird oftmals eine dem Messaufbau entsprechende Anordnung von lediglich zwei Sensoren verwendet. Die beiden Sensoren sind abwechselnd je einmal als Emmitter oder Aufnehmer aktiv, so dass die Schallgeschwindigkeit aus dem Verhältnis des Abstandes der beiden Sensoren und der Laufzeit des Signalpulses berechnet werden kann. Die Messung wird vom Hersteller als „auto-sensor-test“ (AST) bezeichnet. Wie bereits angedeutet, ist in diesem Fall die Bestimmung der Ankunftszeit für die Berechnung der Schallgeschwindigkeit mitentscheidend. Im Gegensatz zu dem Fehler, der aufgrund der hohen Kontaktfläche der SE-Sensoren einfließt, ist diese Abweichung in der Regel vernachlässigbar.

Alternativ kann als künstlicher Emmitter auch ein Bleistiftminenbruchtest (Hsu-Nielsen-Test) dienen. Hsu und Nielsen entwickelten eine Methode, bei der ein einfaches breitbandiges akustisches Signal, reproduzierbar und ohne das Probenmaterial zu beschädigen, generiert wird [110]. Dabei wird ein Graphit-Minenbleistift (Härtegrad 2 H, Durchmesser von 0,5 mm) bei einer ausgefahrenen Minenlänge von 3 mm durch Kontakt mit der Probenoberfläche unter einem bestimmten Winkel gebrochen. Die Reproduzierbarkeit des Bruchwinkels wird gewährleistet, indem ein Führungsring an der Stiftspitze für eine konstant geneigte Auflage des Stiftes und damit der Mine sorgt. Bleistiftminenbruchtests werden wegen ihrer Einfachheit und schnellen Durchführbarkeit auch zur Überprüfung der Sensorankopplung und der Funktionsfähigkeit des SE-Equipments benutzt.

### **2.4.6 Mustererkennungsverfahren**

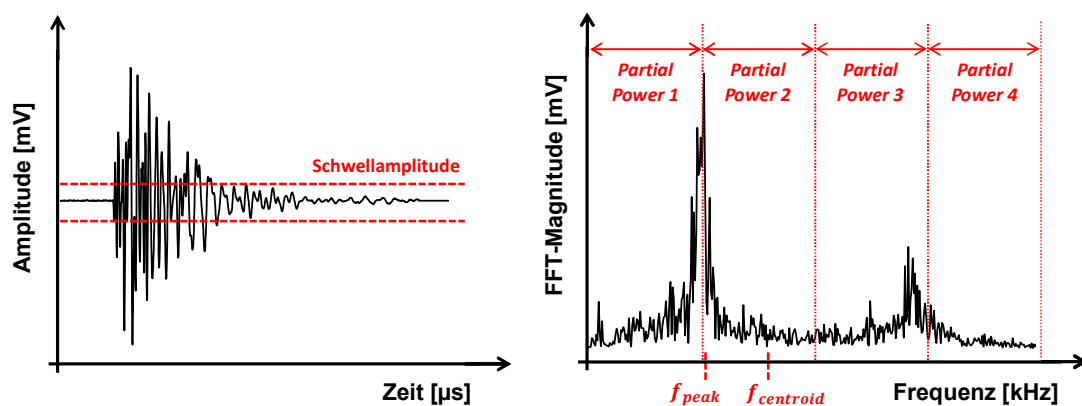
Wie in Kapitel 2.4.5 beschrieben, ermöglicht es die SE-Analyse, über die Laufzeitunterschiede zwischen unterschiedlich positionierten Sensoren die Entstehungsorte der auftretenden Schallereignisse zu lokalisieren. Des Weiteren kann man über die Summe der aufgezeichneten Signale eine Aussage über das Ausmaß der Schädigung im Probenmaterial treffen.

Ebenso ist es bei Faserverbundwerkstoffen oftmals von großem Interesse, aufgezeichnete Signale den verschiedenen Schadensmechanismen (siehe Kapitel 2.2) zuzuordnen. Prinzipiell werden alle SE-Signale auf ihrem Weg vom Entstehungsort zum Messsystem durch Dämpfung, Modenkonzersion und Dispersion beeinflusst. Die signalbasierten Unterschiede der einzelnen Schadensmechanismen, resultierend aus einer dif-

ferenzierten Abstrahlcharakteristik oder Frequenzzusammensetzung, bleiben jedoch erhalten.

Die umfangreiche Datenmenge an aufgezeichneten SE-Ereignissen während einer einzigen Messung macht eine Analyse mit Hilfe statistischer Methoden unumgänglich. Die Anwendung parameterbasierter Mustererkennungsverfahren ermöglicht eine Einteilung der Signale in verschiedene Klassen und deren Zuordnung zu verschiedenen Schadensmechanismen. Zur Anwendung der Mustererkennungsverfahren werden zunächst aufgezeichnete Störsignale herausgefiltert, da sie eine Klassifizierung verfälschen würden. Um die Ähnlichkeit der Signale zu untersuchen und eine Klassifizierung durchzuführen, wird eine Parameterextraktion der SE-Signale im Zeit ( $U(t)$ )- und Frequenzraum ( $\hat{U}(f)$ ) durchgeführt. Das Frequenzspektrum wird aus einer Fourier-Transformation des zeitlichen Verlaufs des SE-Signals errechnet.

Alle in dieser Arbeit verwendeten Merkmale können dem Frequenzverlauf des akustischen Signals entnommen werden und sind in einem beispielhaften Messsignal in Abbildung 2 - 26 gekennzeichnet.



**Abbildung 2 - 26:** Darstellung der verwendeten Signalparameter im Frequenzraum (rechts) nach der Fourier-Transformation der Welle aus dem Zeitraum (links)

Bei der Mustererkennung hat man sich auf wenige Parameter beschränkt, die für die Schallwellen bzw. für die verschiedenen mikroskopischen Schadensmechanismen in Faserverbundwerkstoffen besonders aussagekräftig und charakteristisch sind und eine bestmögliche Unterscheidbarkeit gewährleisten. In dieser Arbeit verzichtet man auf die Nutzung energetischer Merkmale zur Diskriminierung der aufgezeichneten SE-Signale, da die in den Probenkörpern injizierte Energie der Signalwelle in keiner direkten Verbindung zu einer bestimmten Schädigungsart steht. In Kapitel 4.4 wird anhand von mikromechanischen Versuchsreihen aufgezeigt, dass die Energie des SE-Signals in Form der auftretenden Maximalamplitude von der maximalen Versagenskraft aus der mechanischen Prüfung der Probe bestimmt wird.

Bei den verwendeten Merkmalen handelt es sich ausschließlich um Parameter aus dem Frequenzraum. Die *Peak Frequency* ist am Intensitätsmaximum des Signals definiert und stellt einen sehr diskreten Wert zur Unterscheidung verschiedener Wellen dar. Ein weiterer Parameter ist der *Frequency Centroid*, welcher den Schwerpunkt des Frequenzspektrums des gesamten Signals beschreibt. Die *Partial Power* Größen beschreiben den Anteil eines Signals an verschiedenen und manuell vorgegebenen Frequenzbereichen. Zusätzlich zu den von der Software Noesis zur Verfügung gestellten Frequenzparametern können durch den bestehenden Datensatz im Nachhinein zusätzliche Features bestimmt werden. In dieser Arbeit wurde als weiteres Signalmerkmal die *Weighted Peak Frequency* definiert und errechnet. Hier wird der Informationsgehalt der *Peak Frequency* und des *Frequency Centroid* in einer Größe vereint. [13]

Folgende Tabelle erläutert die Definition der Parameter, die in dieser Arbeit verwendet werden.

Signalparameter	Definition
Position des Frequenzmaximums [Hz] ( <i>Peak Frequency</i> )	$f_{peak}$
Schwerpunkt des Frequenzspektrums [Hz] ( <i>Frequency Centroid</i> )	$f_{centroid} = \frac{\int f \cdot \hat{U}(f) df}{\int \hat{U}(f) df}$ $\hat{U}(f)$ : Fourier-Transformation des Signals $U(t)$
Gewichtetes Frequenzmaximum [Hz] ( <i>Weighted Peak Frequency</i> )	$< f_{peak} > = \sqrt{f_{peak} \cdot f_{centroid}}$
Signalanteil im Frequenzbereich 1-4 [%] ( <i>Partial Power 1-4</i> )	$\frac{\int_{f_1}^{f_2} \hat{U}^2(f) df}{\int_{0 \text{ kHz}}^{1200 \text{ kHz}} \hat{U}^2(f) df}$ Frequenzbereich 1: $f_1 = 0 \text{ kHz}; f_2 = 150 \text{ kHz}$ Frequenzbereich 2: $f_1 = 150 \text{ kHz}; f_2 = 300 \text{ kHz}$ Frequenzbereich 3: $f_1 = 300 \text{ kHz}; f_2 = 450 \text{ kHz}$ Frequenzbereich 4: $f_1 = 450 \text{ kHz}; f_2 = 1200 \text{ kHz}$

**Tabelle 2 - 1:** Definition der für die Mustererkennung verwendeten Signalparameter

Das Verfahren der Mustererkennung wird nur für die Einzelfaserfragmentierungstests verwendet, da nur bei dieser mikromechanischen Prüfmethode verschiedene Schadensmechanismen nebeneinander auftreten und diese durch eine Klassifizierung qualitativ zugeordnet werden können.

Zur Aufbereitung der Daten werden die Merkmale in einer neuen Basis, in welcher der ursprüngliche Datensatz die größtmögliche Varianz besitzt, physikalisch normiert dargestellt. Die Wertebereiche der extrahierten Parameter gleichen sich dadurch einander

an. Der Einfluss der reinen physikalischen Größe wird dadurch bereinigt und der Klassifizierungsalgorithmus kann eine bessere Trennungsgenauigkeit erzielen. Der Normierung folgt die Principal Component Analysis (PCA), bei der die Merkmale gemäß ihrer größten Varianz in ein neues orthogonales Hauptachsensystem transformiert werden [111]. Die Parameter werden hierbei linear in einen neuen Eigenschaftsraum überführt. Für die Klassifizierung der SE-Signale anhand ihrer Merkmale steht eine Vielzahl von definierten Algorithmen zur Verfügung. In dieser Arbeit wird mit dem k-means Algorithmus einer der gängigsten Vertreter im Bereich von Mustererkennungsverfahren verwendet [13]. Ein Nachteil des k-means Algorithmus ist, dass neben den eigentlichen Datenpunkten auch eine festgelegte Anzahl an Klassen dem System bekannt sein muss. Trifft man dabei nicht die tatsächlich vorhandene Klassenanzahl, so sind Interpretationen fehlerhaft bzw. nur schwer zu realisieren.

Zunächst wird innerhalb jeder ausgewählten Klasse ein Gruppenzentrum willkürlich festgelegt. Diese festgelegten Startpunkte beeinflussen komplett die folgende Klassifizierung. Im folgenden Schritt werden die gesamten Datenpunkte dem nächstliegenden Gruppenzentrum zugeordnet. Die Datenmenge teilt sich so auf, dass sich Signalpunkte in derselben Klasse sehr nahe sind, während Punkte in verschiedenen Klassen weit voneinander entfernt sein sollen. Um die Einteilung zu optimieren, werden im Anschluss immer wieder neue Gruppenzentren definiert, um die Summe der gesamten Abstände zu minimieren und die Einteilung zu verbessern. Für den Vergleich der Klassen untereinander wird als Distanzfunktion zur Berechnung der Datenpunktabstände die euklidische Distanz  $d_{euklidisch}(x, y)$  gewählt.

$$d_{euklidisch}(x, y) = \sqrt{\sum_{i=1}^n (x_i - y_i)^2} \quad (2-25)$$

Im besten Fall erfahren die Gruppenzentren nach den ersten Wiederholungen der Berechnungsschleifen keine Änderung mehr. Der Algorithmus muss nicht immer konvergieren und kann auch nach einer bestimmten Anzahl an Wiederholungsschleifen abgebrochen werden. Das erhaltene Klassifizierungsergebnis kann letztlich mit Hilfe verschiedener statistischer Indizes evaluiert werden. Das kann sehr hilfreich sein, da oftmals auch Klassifizierungen verglichen werden müssen, deren Ursprung auf unterschiedliche Auswahlparameter zurückzuführen ist. Um die Qualität der Klassifizierung zu bewerten, wurden in dieser Arbeit der Tou-Index  $\tau$  [112], der Davies-Bouldin-Index  $R$  [113], der Silhouette-Koeffizient  $S$  [114] und die Gamma-Statistik  $\gamma$  [115] berechnet. Jeder Klassifizierungsindex wird auf unterschiedliche Weise von Signalausreißern und den Formen der Klassen beeinflusst, so dass sich die Bewertung mit Hilfe einer Kombination der Indizes als zuverlässige Methode erwiesen hat. Zur Beurteilung einer möglichen Klassifizierung wird ein von Sause et al. [6] modifiziertes Bewertungsschema

von Günter et al. [116] verwendet. Jeder der vier Indizes trägt mit maximal 25 Punkten zu der besten Bewertung bei, so dass sich ein globales Maximum von 100 Punkten errechnet, wonach die beste Parameterkombination des Mustererkennungsverfahrens ermittelt werden kann [13].

Bei den Einzelfaserfragmentierungstests werden alle experimentellen Datenpunkte zusammengeführt und eine Klassifizierung anhand der besten Parameterkombination vorgenommen. Die Klassifizierung der mikroskopischen Versuchsreihen des Einzelfaserfragmentierungstests sollte in Analogie zu bereits durchgeführten makroskopischen Messreihen eine Identifizierung der unterschiedlichen Schadensmechanismen erlauben und bestätigen.

Faserbrüche, Faser-Matrix-Debonding und Matrixrisse sind bei 4-Punkt-Biegetests und Zugversuchen simultan aufgetreten und konnten anhand ihrer Frequenzparameter im Mustererkennungsverfahren identifiziert und zugeordnet werden [6, 14]. Finite Element Simulationen stützten das Ergebnis einer aussagekräftigen Unterteilung [13, 117]. In makroskopischen Prüfkörpern sind Faserbrüche demnach im Frequenzbereich über 450 kHz zu erwarten, Matrixrisse treten vor allem im niederfrequenten Bereich unterhalb von 250 kHz auf. Signale des Faser-Matrix-Debondings lassen sich im Zwischenbereich identifizieren. Anhand der in dieser Arbeit aufgebauten MP sollen die einzelnen Schadensmechanismen auch einzeln erzeugt und die korrespondierenden Frequenzspektren detailliert analysiert werden.

### 2.4.7 Zeit-Frequenz-Analyse

Akustische Wellen werden neben dem Ausbreitungsmedium und der Geometrie des Probenkörpers vor allem von der Signalquelle bestimmt. Die aussagekräftigen Parameter sind aber wenig zeitselektiv und hauptsächlich dem Frequenzspektrum zu entnehmen. Eine Möglichkeit der Darstellung der Wellen im Frequenzraum beruht auf der Fourier-Transformation (FT), die sich neben der mathematischen Einfachheit durch ihre technische Relevanz auszeichnet.

$$U_{FT}(\omega) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{+\infty} U(t) \cdot e^{-i\omega t} dt \quad (2-26)$$

$U(t)$ : Zeitsignal;  $\omega = 2\pi f$ : Kreisfrequenz

Bei der Transformation in den Frequenzbereich wird das harmonische Signal mit Hilfe von Filtern in einzelne Frequenzkomponenten zerlegt. Die einzelnen frequenzabhängigen Signalanteile stehen in eindeutiger Beziehung zu einem bestimmten Energiegehalt. Das Transformationsergebnis ist eine Amplituden- und ein Phasen-

spektrum. Bei der Analyse von SE-Signalen kann keine kontinuierliche FT gemäß Gleichung (2-26) angewendet werden, da die Messdaten endlich sind und mit einer diskreten Abtastrate aufgezeichnet werden.

Ein Lösungsansatz ist die Anwendung der diskreten Fourier-Transformation (DFT). Das kontinuierliche Zeitsignal wird mit Hilfe einer Fensterfunktion in endliche Teile  $\Delta T$  zerlegt, so dass die integrale Berechnung durch eine Reihendarstellung ersetzt wird.

$$U_{DFT}(\omega) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \sum_{j=-N}^{+N} U_j \cdot \Delta T \cdot e^{-i\omega \Delta T} \quad (2-27)$$

Der ausgewählte Bereich wird außerhalb des betrachteten Intervalls periodisch fortgesetzt und damit unendlich gemacht. Eine optimierte numerische Ergänzung der DFT stellt die Fast-Fourier-Transformation (FFT) dar, bei der sich die Rechenzeit und damit der Rechenaufwand erheblich reduzieren.

Stationäre, periodische Signale sind für eine FT unproblematisch, jedoch erfahren sie bei der Verarbeitung von zeitvarianten Signalen, bei der sich die Amplitude und/oder die Frequenz der SE-Welle mit der Zeit ändern, einen Datenverlust. Dies erschwert eine mögliche Interpretation bezüglich der Ursache und Zuordnung des ursprünglichen transienten Signals.

Zur Verbesserung des Transformationsergebnisses wird bei interstationären SE-Signalen eine Transformation in den Zeit-Frequenz-Bereich durchgeführt [118]. Ziel ist es, eine Funktion zu ermitteln, die den Energiegehalt eines Messsignals im Zeit- wie auch im Frequenzbereich parallel darstellen kann. Für die Signalanalyse im Bereich der Schallemission haben sich verschiedene Transformationen etabliert. Im Allgemeinen werden die verschiedenen Möglichkeiten anhand ihrer Filterfunktion unterschieden, die auch als Kernfunktion oder „kernel function“ bezeichnet wird. Der wichtigste Vertreter eines linearen Filteransatzes ist die Short-Time-Fourier-Transformation (STFT).

Die STFT ermöglicht die Darstellung des Frequenzspektrums auch bei schnellen zeitlichen Veränderungen. Das zu analysierende Signal wird in kurze Zeitbereiche unterteilt und durch das gewählte Zeitfenster  $X$  schrittweise analysiert, indem für das gefensterte Signal  $X(\tau - t) \cdot U(\tau)$  lokal immer wieder Fourier-Transformationen ausgeführt werden.

$$U_{STFT}(t, \omega) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{+\infty} X(\tau - t) \cdot U(\tau) \cdot e^{-i\omega \tau} d\tau \quad (2-28)$$

$\tau$  gibt den betrachteten Analysezeitpunkt an. Die Größe des Zeitintervalls kann frei gewählt werden, jedoch muss sich das Messsignal im festgelegten Bereich stationär ver-



halten. Die Fensterbreite bestimmt sowohl die Zeit- als auch die Frequenzauflösung. Für die Signalanalyse existiert jedoch ein Unschärfeprinzip ähnlich der Heisenbergschen Relation, so dass das Analysefenster nicht willkürlich klein gewählt werden kann. Ein schmales Fenster bringt eine gute Zeitauflösung mit sich, jedoch werden die Frequenzen ungenau abbildet. Liegt hingegen ein breites Fenster vor, so wird eine feine Frequenzdarstellung erreicht, während die zeitliche Ergebnisinformation immer ungenauer wird. Es muss somit ein Kompromiss gefunden werden, der eine feine Auflösung beider Komponenten der Zeit-Frequenz-Darstellung unmöglich macht.

Diese Problematik wird behoben, indem als Filterfunktion ein quadratischer Ansatz der Cohen-Klasse gewählt wird [119, 120]. Oft spricht man von einer bilinearen Transformation. Diese Art der Transformation ermöglicht die Darstellung eines nicht-stationären Signals als zweidimensionale Funktion  $U_C(t, \omega)$  in Abhängigkeit von der Zeitverschiebung  $t$  und der Frequenzverschiebung  $\omega$ :

$$U_C(t, \omega) = \frac{1}{2\pi} \iiint_{-\infty}^{+\infty} \Phi(\eta, \tau) \cdot e^{i\eta(\mu-\tau)} \cdot U(t + \tau/2) \cdot U^*(t - \tau/2) \cdot e^{-i\omega\tau} d\eta d\mu d\tau \quad (2-29)$$

$\Phi(\eta, \tau)$ : zweidimensionale Filterfunktion

$U(t + \tau/2) \cdot U^*(t - \tau/2) e^{i\eta\tau}$ : Ambiguitätsfunktion

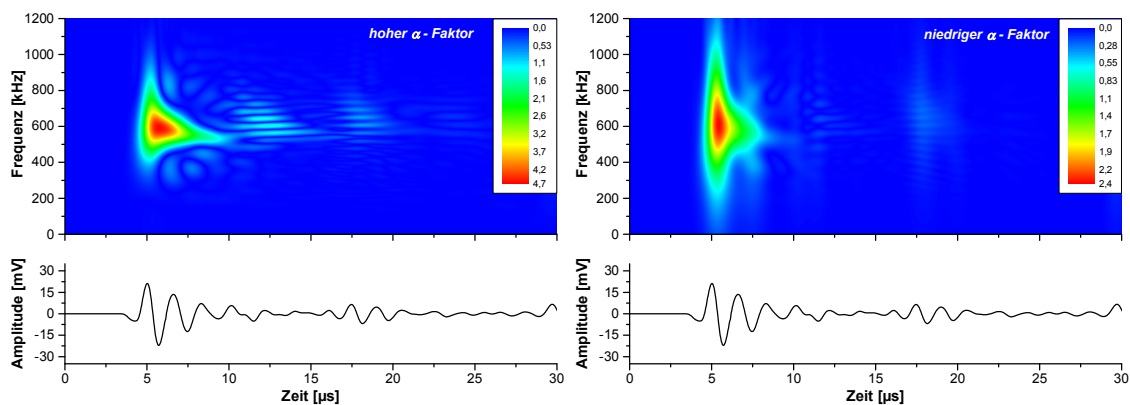
Die in der Quantenphysik eingeführte Wigner-Ville-Verteilung ist ein Spezialfall der allgemeinen Cohen-Klasse. Die Kernfunktion der Transformation wird auf eins gesetzt und der Kern enthält damit nur das bilineare Signalprodukt. Sie ist folgendermaßen definiert: [118]

$$U_{WV}(t, \omega) = \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} U(t + \tau/2) \cdot U^*(t - \tau/2) \cdot e^{-i\omega\tau} d\tau \quad (2-30)$$

Es wird zur Datenanalyse kein zeitliches Fenster benötigt, so dass eine sehr gute Zeit- und Frequenzauflösung erreicht werden kann. Einer deutlich verbesserten Auflösung steht ein erhöhter Berechnungsaufwand gegenüber. Die Bilinearität der Wigner-Ville-Verteilung ist für die Bildung von Interferenz bzw. Kreuztermen zwischen den einzelnen Signalkomponenten verantwortlich, was ihren praktischen Nutzen erheblich einschränkt. So entstehen störende Interferenzanteile mit teils hohen Signalamplituden, die die eigentlich gewünschten Informationen in Form der sogenannten Autoterme überlagern. Daher muss das Ergebnis für die Interpretation der Signalanalyse einer Glättung und Filterungen unterzogen werden, was die Auflösung beeinträchtigt. Eine

ausführliche Darstellung der nachteiligen Kreuzterme findet man in weiterführender Literatur von Boashash [121] wieder.

Aufgrund dieser Problematik wurde eine Weiterentwicklung der Wigner-Ville-Verteilung angestrebt, welche 1989 von Choi und Williams vorgestellt wurde [122]. Die Kernfunktion in Gleichung (2-29) besteht in diesem Fall aus einem zweidimensionalen Gauß-Impuls  $\Phi(\eta, \tau) = e^{-\alpha(\eta\tau)^2}$  ( $\alpha$ : anzupassender Faktor), der eine Unterdrückung von Teilen der Kreuzterme gewährleistet. Je größer der Faktor  $\alpha$  gewählt wird, desto stärker werden die Kreuzterme unterdrückt. Dies ist in einer beispielhaften SE-Messung in Abbildung 2 - 27 dargestellt.



**Abbildung 2 - 27:** Choi-Williams-Darstellungen einer SE-Welle mit verschiedenen  $\alpha$ -Faktoren (links: hoher  $\alpha$ -Faktor; rechts: niedriger  $\alpha$ -Faktor)

Es ist deutlich zu erkennen, dass sich mit der Wahl eines höheren  $\alpha$ -Faktors Teile der Kreuzterme unterdrücken lassen. Dies begünstigt eine Interpretation der vorliegenden Frequenzanteile des SE-Signals.

### 2.4.8 Schallemission an Modellverbunden

Inzwischen gibt es eine große Vielfalt an Prüfmethode, mit denen die Stärke der Faser-Polymermatrix-Wechselwirkung untersucht werden kann. Im Allgemeinen handelt es sich um zerstörende mechanische Prüfungen. Es können entweder ganze CFK-Lamine mechanisch belastet oder Prüfungen an idealisierten Einzelfaser-Modellverbunden durchgeführt werden. Vorteile der mikromechanischen Prüfmethode sind ein geringer Materialaufwand sowie ein vereinfachter Spannungszustand im Vergleich zu komplexen Laminen. Auf dem Gebiet der Einzelfaser-Tests haben sich unter anderem der Einzelfaserfragmentierungstest und der Pull-Out-Versuch wegen ihrer relativ einfachen Umsetzung und Zuverlässigkeit durchgesetzt.

Wie bereits erwähnt, wurde der Einzelfaserfragmentierungstest von Kelly und Tyson im Jahr 1965 eingeführt. Es können verschiedene Schadensmechanismen, die in Faser-

verbundwerkstoffen im Wesentlichen auftreten, parallel erzeugt und untersucht werden. Diese mikromechanische Prüfmethode ist für eine Untersuchung mit Hilfe der SE-Analyse vorteilhaft, da die Probengröße makroskopisch ist und die für die Messung nötigen SE-Sensoren sehr leicht an der Probe befestigt werden können.

Im Jahr 1971 gelang es Mehan und Mullin, die aufgenommenen akustischen Signale der auftretenden Schadensmechanismen (Faserbruch, Faser-Matrix-Debonding, Matrixriss) anhand ihrer Wellenform und des Frequenzgehaltes zu unterscheiden [94]. Zusätzlich machten sie auf den Einfluss des Ausbreitungsmediums auf die Wellenform des Signals aufmerksam. Weitere SE-Untersuchungen folgten erst wieder im Jahre 1984 von Narisawa und Oba [123]. Von besonderem Interesse war hier die Amplitudenverteilung der verschiedenen Schadensmechanismen. Sie widerlegten die Annahme bisheriger Forschungsergebnisse, dass eine Unterscheidung der Schadensmechanismen lediglich anhand der auftretenden Maximalamplitude möglich ist. Diese Ergebnisse konnte Wolters (1986) [124] mit Fragmentierungsproben aus einer Polycarbonatmatrix bestätigen. Er variierte neben dem Faserdurchmesser auch die Faser-Matrix-Anbindung und zeigte, dass dies bei allen auftretenden Schadensmechanismen eine Streuung der Maximalamplitude der Schallwelle mit sich bringt.

Einen weiteren Meilenstein konnte Nordstrom im Jahr 1996 setzen. Ihm gelang es erstmals, die kompletten Wellenformen der erzeugten Schädigungen bei Einzelfaserfragmentierungstests aufzuzeichnen. Vergrößert sich der Abstand des Aufnehmers zur SE-Quelle, so erhöht sich der Anteil der niedrigen Frequenzen im Wellenspektrum. Er konnte zudem kein exaktes Verhältnis der Maximalamplitude des SE-Signals zum Abstand SE-Quelle-Sensor feststellen. [66]

Die Untersuchungen von Nordstrom stellten die Grundlage für viele weitere Arbeiten dar. Die Zugprüfung an Einzelfaser-Modellverbunden entwickelte sich zum Standardtest, um die Festigkeit der Fasern und die Faser-Matrix-Anbindung zu untersuchen [103, 125, 126].

Der Pull-Out-Versuch repräsentiert die älteste mikromechanische Prüfmethode. Broutman gilt mit seinen Ansätzen aus dem Jahre 1963 als Vorreiter des Faserauszugs, indem er Fasern aus einem Matrixblock gezogen hat. Kelly erläuterte 1970 die unterschiedlichen Stadien eines Pull-Out-Experimentes. Einem anfänglichen Debonding mit einer Rissentstehung folgt das Risswachstum bis zum vollständigen Ablösen der Faser von der Matrix verbunden mit dem eigentlichen Faserauszug.

Die Kraft-Weg-Kurve eines Faserauszugs wird von den intrinsischen Eigenschaften der Interphase und der Versuchsanordnung bestimmt. Chua und Pigott zeigen, dass in allen auftretenden Fällen das Interface-Versagen eine plötzliche Energiefreisetzung der in der freien Faserlänge gespeicherten elastischen Energie bewirkt [64]. Im Falle des Ab-

lösens einer Epoxidharz-Matrix von einer oberflächenmodifizierten C-Faser ist ein vollständiger Auszug der Fasern aus der Matrix zu beobachten. Spannungsbasierende Analysen von Takaku und Arridge zeigen unter Verwendung von Glas- und Kevlarfasern, dass im ansteigenden Teil der Kraft-Weg-Kurve mehrere Peaks auftreten, die durch ein stufenweises Debonding begründet werden können [127]. Gao verfeinert den Ansatz, indem er die Analyse mathematisch beschreibt und die Beiträge der Reibung berücksichtigt [128].

Die Messung des akustischen Signals des auftretenden mikroskopischen Schadensmechanismus stellt bei dieser Methode eine sehr große Herausforderung dar. Die Faser ist in keiner makroskopischen Geometrie eingebettet, auf der ein piezoelektrischer SE-Sensor angebracht werden kann. Trotz des Versuchsablaufs und den unterschiedlichen Größenordnungen muss der Sensor aber in direktem Kontakt oder in der Nähe der Faser bzw. des Schadensmechanismus „angekoppelt“ werden.

Der Push-Out-Test hat für die mikroskopische Charakterisierung von Faserverbundwerkstoffen ein enormes Potential. Bezogen auf die SE-Analyse hat er sich als nicht ideal erwiesen, da das auftretende Risswachstum zu schwache bzw. geringe SE-Signale freisetzt, die nicht aufgezeichnet werden können. Daher wurde im Rahmen dieser Arbeit speziell der Einzelfaser-Pull-Out-Versuch sowie der Einzelfaserfragmentierungstest mit Hilfe der SE-Analyse ausführlich untersucht und nicht weiter auf den Push-Out-Test eingegangen.

Anhand der SE-Analyse können unterschiedliche mikroskopische Schädigungen im Material differenziert und lokalisiert werden [5, 7, 9]. Mustererkennungsverfahren werden ebenfalls eingesetzt. Wie bereits in Kapitel 2.4.6 beschrieben, werden die SE-Signale hier auf ihre charakteristischen Gemeinsamkeiten hin überprüft und dementsprechend klassifiziert [6, 8]. Die SE-Analyse ist ein geeignetes Prüfverfahren, um die verschiedenen Einzelfaser-Modellverbunde während der mechanischen Belastung akustisch zu überwachen und zu analysieren [103].

Des Weiteren können Untersuchungen durchgeführt werden, wie sich eine veränderte Interphase aufgrund von Variationen der Faseroberfläche oder auch des Aushärtegrades auf die ausgesendete SE-Welle auswirkt. Die SE-Analyse stützt sich bei der Untersuchung der Faser-Matrix-Anbindung auf keine theoretischen Annahmen für verschiedenste Berechnungen. Die im Material ausgesendeten SE-Signale stellen vielmehr ein direktes Abbild der tatsächlichen Anbindungen zwischen Faser und Matrix dar.

## 3. EXPERIMENTELLES

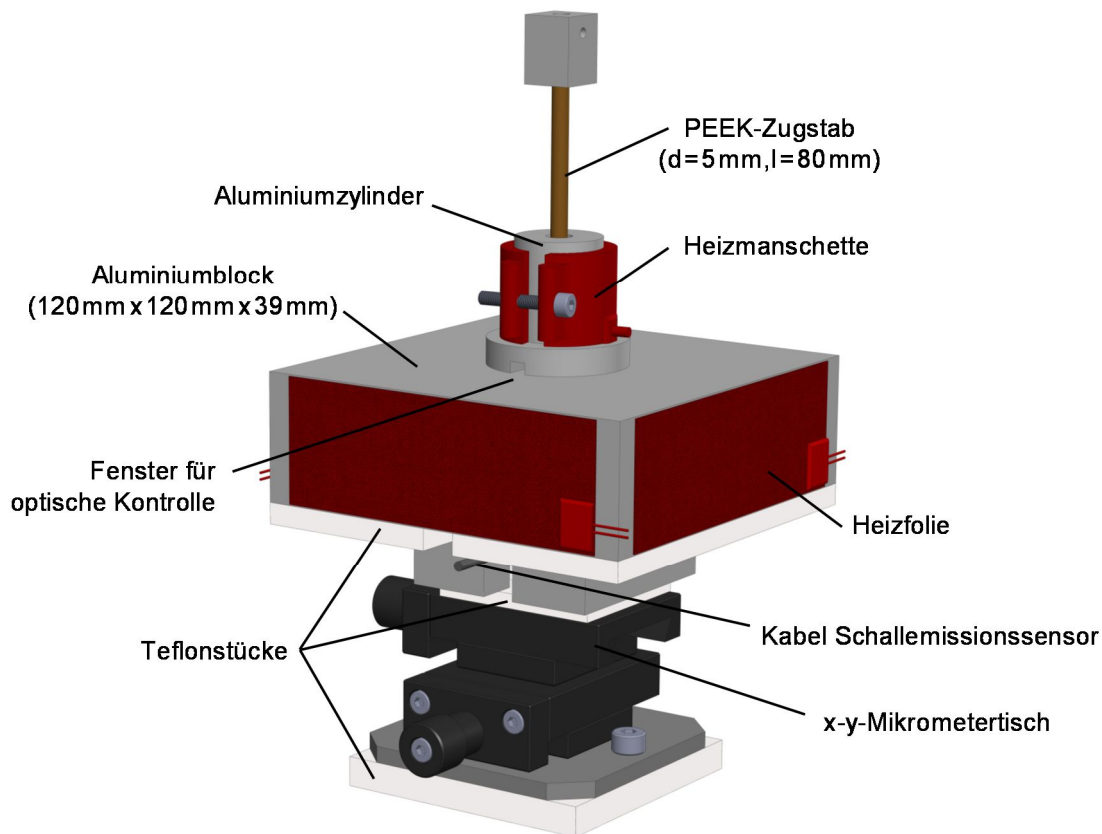
Das folgende Kapitel gliedert sich in zwei Teile. Im ersten Teil liegt der Fokus auf der Beschreibung der Entwicklung einer mikromechanischen Prüfvorrichtung (MP). In der MP können gezielt elementare Versagensmechanismen wie Faserbrüche, Faserauszüge (samt Faser-Matrix-Debonding) und Matrixrisse erzeugt werden. Der zweite Teil des Kapitels befasst sich mit der mikromechanischen Prüfmethode der Einzelfaserfragmentierung. Beide Methoden werden so konzipiert, dass sie von einer durchgeführten SE-Messung begleitet werden können.

### 3.1 Aufbau einer mikromechanischen Prüfvorrichtung

Der vollständige Messaufbau der MP ist in Abbildung 3 - 1 dreidimensional dargestellt. Für eine erfolgreiche Entwicklung der MP sind bestimmte Überlegungen und Kriterien notwendig. Diese lassen sich in Anforderungen hinsichtlich der Ausbreitung des SE-Signals, des thermischen Aushärtprozesses des Matrixmaterials sowie der mechanischen Prüfung des Modellverbundes unterteilen und werden im Laufe des Kapitels anhand der einzelnen Teile des Messaufbaus erklärt.

Kernstück der MP ist ein Aluminiumblock mit den Maßen  $120\text{ mm} \times 120\text{ mm} \times 39\text{ mm}$  (Länge  $\times$  Breite  $\times$  Höhe). Auf der Oberseite des Blockes ist gemäß Abbildung 3 - 2 (oben rechts) mittig ein 1 mm hoher Aluminiumstift (2 mm im Durchmesser) aus dem Vollmaterial gefräst, auf dem der mikromechanische Bruchvorgang initiiert wird. Die dabei generierten transienten elastischen Wellen können sich ungestört in dem entsprechend dimensionierten Aluminiumblock als Propagationsmedium ausbreiten. Die geometrischen Abmessungen des Aluminiumblockes werden so gewählt, dass die charakteristische Information der sich ausbreitenden akustischen Welle möglichst frei von Reflexionen und ohne größere Überlagerung von Resonanzen detektiert wird und eine reflexionsfreie Beobachtung des entstandenen SE-Signals innerhalb eines Zeitfensters von  $18\text{ }\mu\text{s}$  gewährleisten. Die Geometrie des Aluminiumstiftes hat einen erheblichen Einfluss auf das detektierte SE-Signal, was im weiteren Verlauf des Kapitels erläutert wird.

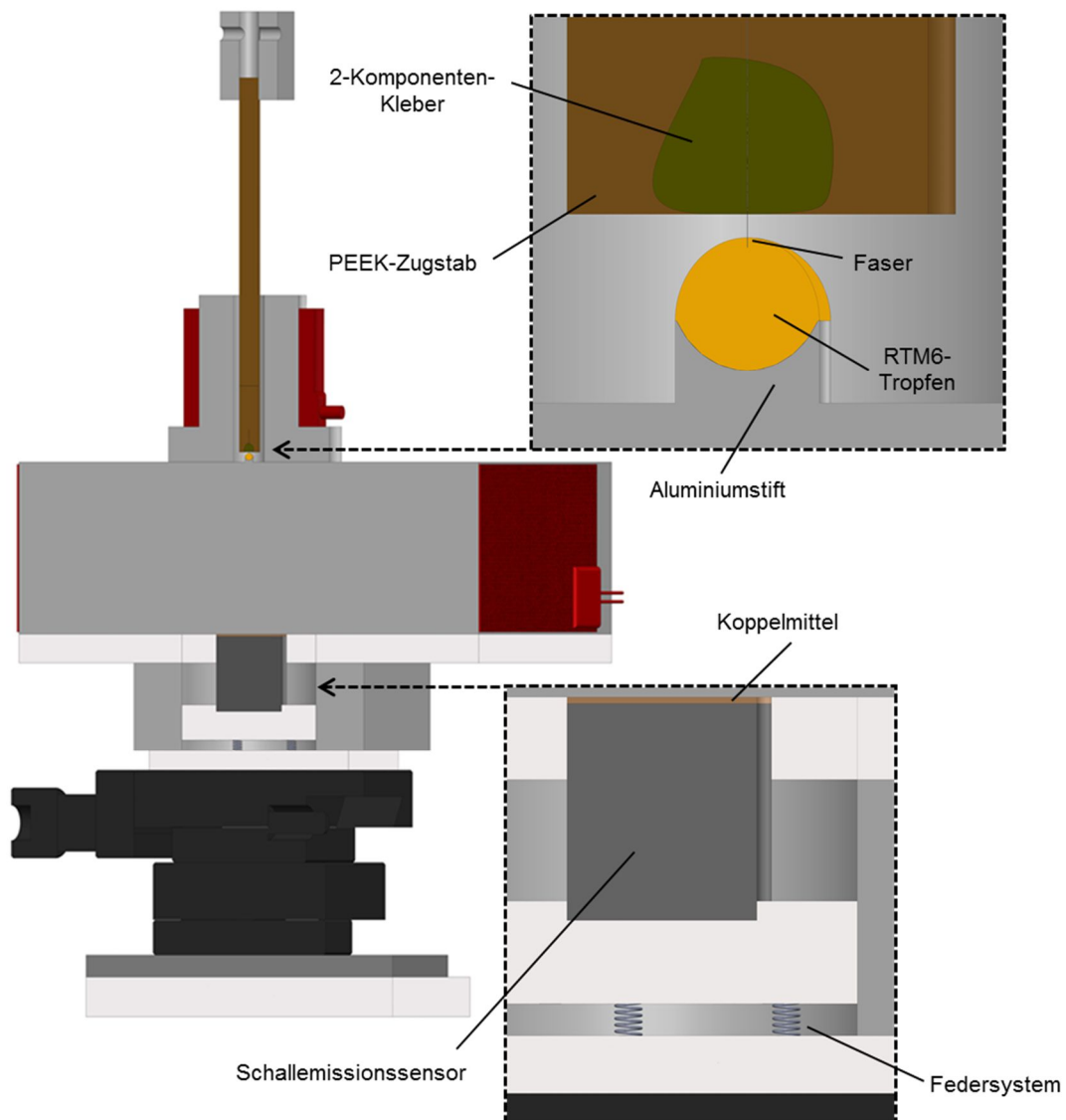
Eines der wichtigsten Kriterien des experimentellen Aufbaus ist ein homogenes Aushärten des Epoxidharzes bei einer exakt festgelegten Temperatur. Dies wird durch den Einsatz zweier unabhängiger Heizquellen gewährleistet. Heizfolien, die direkt auf dem Aluminiumblock aufgebracht werden, und ein über eine Heizmanschette aufgeheizter Aluminiumzylinder sorgen für eine identische Kontakt- und Umgebungstemperatur des Aluminiumstiftes (siehe Abbildung 3 - 1).



**Abbildung 3 - 1:** Schematische dreidimensionale Darstellung des Messaufbaus der entwickelten MP zur Erzeugung verschiedener mikroskopischer Schadensmechanismen

Auf der gegenüberliegenden Seite des Aluminiumstiftes wird der SE-Sensor bereits vor dem Ablauf des Aushärteprozesses angebracht. Ein Anbringen des Sensors nach dem Aushärten verursacht Schwingungen und zerstört den präparierten Modellverbund bereits vor der eigentlichen Messung. Der thermische Aushärteprozess des verwendeten Epoxidharzes RTM6 stellt für den SE-Aufnehmer daher eine große Herausforderung dar. Sowohl der SE-Sensor als auch das verwendete Koppelmittel müssen gegen Temperaturen von 180 °C resistent sein. Um eine reproduzierbare Ankopplung des Sensors an das Medium zu gewährleisten, wird er mit Hilfe eines speziellen Federsystems an die Oberfläche gedrückt, welche im 2D-Schnitt in Abbildung 3 - 2 dargestellt ist.

Die mit den hohen Aushärtetemperaturen verbundene thermische Ausdehnung der einzelnen Komponenten der MP sowie das chemische Schrumpfungsverhalten des Epoxidharzes müssen ebenfalls mit einbezogen werden und stetig kontrollierbar sein. Die Anforderungen hinsichtlich des thermischen Aushärteprozesses werden ebenfalls noch genauer in diesem Kapitel behandelt.



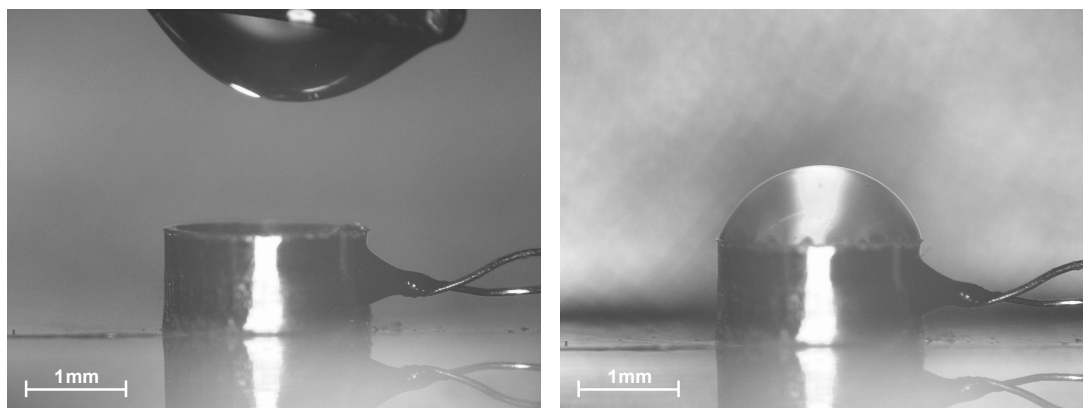
**Abbildung 3 - 2:** Zweidimensionaler Schnitt durch die Mitte der entwickelten MP (links); Vergrößerung des Präparationsbereichs der einzelnen Schadensmechanismen (oben rechts) und des verwendeten Federsystems für die Sensorankopplung (unten rechts)

Der gesamte Aufbau der MP befindet sich in einer Universalprüfmaschine, so dass die mechanische Prüfung mit einer verbundenen SE-Messung direkt nach der Präparation des gewünschten Schadensmechanismus durchgeführt werden kann. Die Zugstäbe

bestehen aus Polyetheretherketon (PEEK) und dienen der Kraftübertragung von der Prüfmaschinentraverse auf die C-Faser oder die Matrix.

#### 3.1.1 Probenpräparation für verschiedene Schadensmechanismen

Für alle untersuchten Schädigungsarten besteht der erste Präparationsschritt darin, bei Raumtemperatur einen kleinen RTM6-Tropfen auf dem 1 mm hohen Aluminiumstift zu positionieren (siehe Abbildung 3 - 3). Hierzu wird das tiefgefrorene RTM6 15 min bei Raumtemperatur angetaut und anschließend mit Hilfe einer Stecknadel tropfenförmig auf dem Aluminiumstift aufgebracht.



**Abbildung 3 - 3:** Annähern des RTM6-Epoxydharzsystems an den Aluminiumstift (links) und aufgesetzter RTM6-Tropfen auf dem Aluminiumstift (rechts) der MP

Erhöht sich während des Aushärtprozesses die Temperatur des RTM6, so erreicht das Harzsystem einen sehr niedrigviskosen Zustand. Die Gefahr des Wegfließens des Tropfens wird beseitigt, indem die Auflagefläche auf dem Aluminiumstift durch eine kleine Fräsung vertieft ist. Dies gibt dem Tropfen ausreichend Halt, trotz sinkender Oberflächenspannung die tropfenförmige Gestalt beizubehalten.

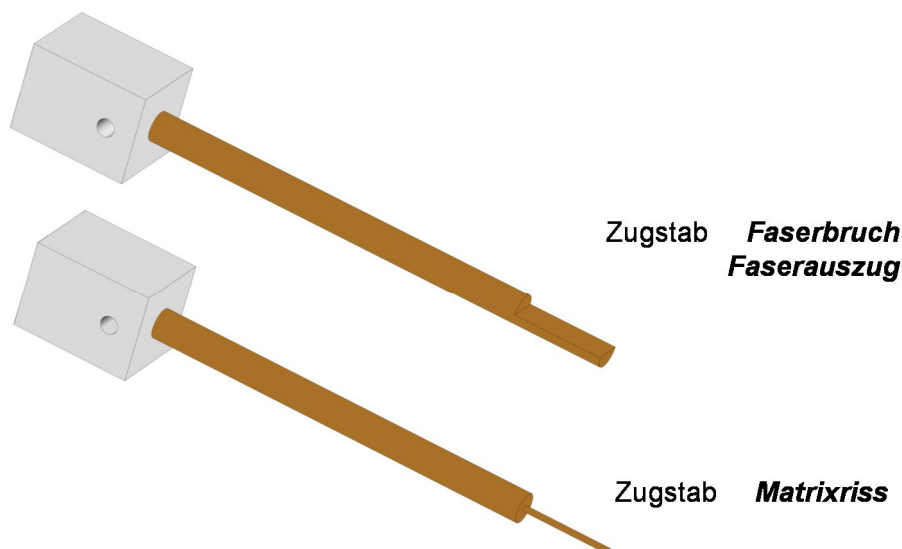
In der MP lassen sich alle gewünschten Schadensmechanismen erzeugen, wobei je nach Art zwischen zwei unterschiedlichen Zugstäben gewählt wird (siehe Abbildung 3 - 4). Beide Zugstäbe bestehen aus einem 80 mm langen PEEK-Zylinder mit einem Durchmesser von 5 mm. Dieser lange Schaft ist mittig in eine Aluminiumquader eingeklebt, der das Verbindungsstück zur Prüfmaschinentraverse darstellt.

#### Präparation eines Faserbruchs/Faserauszugs

Für die Erzeugung eines Faserbruchs oder eines Faserauszugs wird das freie Ende des PEEK-Zylinders einseitig abgeflacht. An dieser Stelle wird die verwendete HTA-Faser [129] unter Verwendung eines Zweikomponenten-Epoxydklebers mittig und mit einem Überstand von 350 - 450  $\mu\text{m}$  aufgeklebt (siehe Abbildung 3 - 5, links). Neben der



mittigen Positionierung muss vor allem darauf geachtet werden, dass die C-Faser parallel zur späteren Zugrichtung ausgerichtet wird.

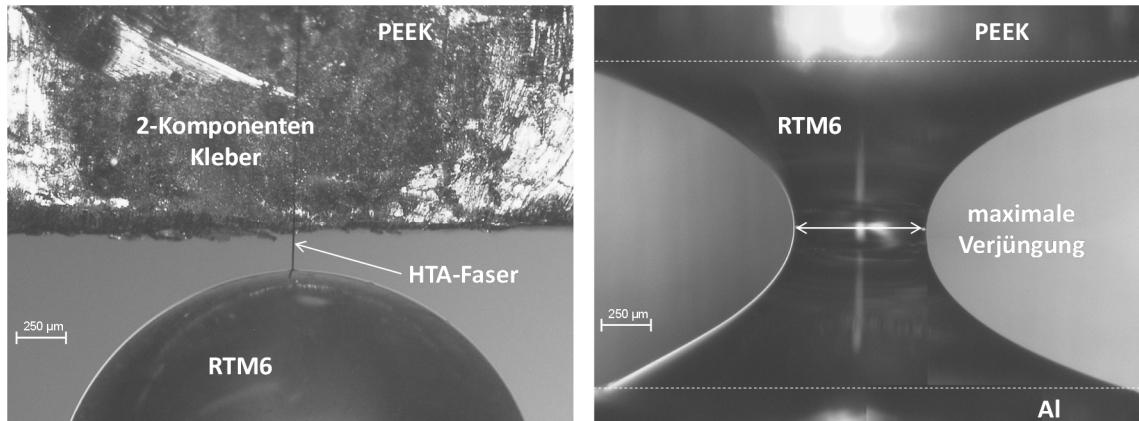


**Abbildung 3 - 4:** Verschiedene Zugstäbe aus Polyetheretherketon für die Präparation der unterschiedlichen Schadensmechanismen an der MP

Anschließend wird der Zugstab durch einen Bolzen an der Prüfmaschinentraverse fixiert und dem Aluminiumstift angenähert. Der Abstand der C-Faser von dem Epoxidharz und auch der komplette experimentelle Ablauf kann stetig überwacht und kontrolliert werden, da der relevante Bereich durch eine Bohrung im Heizmanschettenzylinder (siehe Abbildung 3 - 1) unter Verwendung eines Keyence Digitalmikroskops (Typ VHX-600DSO) beobachtet werden kann.

Der Aluminiumblock bzw. -stift kann samt Matrixtropfen mittels eines x-y-Mikrometertisches mittig unter der HTA-Faser positioniert werden (siehe Abbildung 3 - 1) und der gewünschte Aushärtezyklus gestartet werden. Erreicht das Programm die maximale Temperatur, so wird die C-Faser anhand der Traversenposition der Prüfmaschine weggesteuert in den Harztropfen eingeführt und in-situ ausgehärtet. Im linken Teil von Abbildung 3 - 5 ist der Zeitpunkt mikroskopisch dargestellt, nachdem eine HTA-Faser in das RTM6 eingeführt wurde. Die über den PEEK-Stab hinausstehende Faserlänge wird danach in zwei Abschnitte unterteilt, die eigentliche Einbettlänge der C-Faser in das Polymer sowie die übrig bleibende freie Faserlänge. Wird die freie Faserlänge zu groß gewählt, so sorgt eine unzureichende Steifheit im System für eine fehlerhafte Interpretation des Faserauszugs. Die Einbettlänge legt fest, welcher Schadensmechanismus erzeugt wird. Wird eine hinreichend lange Einbettlänge der HTA-Faser in das RTM6-Polymer gewählt, so bildet sich eine hinreichend starke Faser-Matrix-Anbindung aus, was bei Zugbelastung zu einem Faserbruch führt. Bei geringe-

ren Einbettlängen können stattdessen Faserauszüge und somit SE-Signale aufgrund eines Pull-Outs samt Faser-Matrix-Debonding realisiert werden.



**Abbildung 3 - 5:** Mikroskopische Aufnahme einer erfolgten Probenpräparation in der MP für einen Faserbruch/Faserauszug (links) und einen Matrixriss (rechts)

Die jeweilige Einbettlänge wird nach dem Abkühlprozess ermittelt, indem die Differenz der freien Faserlänge vor und nach dem Aushärten bestimmt wird. Faserbrüche wurden bei einer Einbettlänge von ungefähr 120 µm erzeugt. Für einen Faserauszug wurde die Einbettlänge der HTA-Faser auf 40-60 µm und damit die Hälfte und mehr reduziert.

#### **Präparation eines Matrixrisses**

Um in der MP einen Matrixriss zu kreieren, wurde der Durchmesser des zylindrischen PEEK-Materials gemäß Abbildung 3 - 4 an dem freien Ende von 5 mm auf 2 mm abgedreht. Dieses Ende des Zugstabes wird dem aufgetragenen RTM6-Tropfen analog der Präparation eines Faserbruchs oder -auszugs angenähert und benetzt. Anschließend wird der Abstand zwischen dem Zugstab und dem Matrixtropfen langsam vergrößert, so dass sich eine sanduhrförmige Geometrie zwischen den beiden Komponenten ausbildet (siehe Abbildung 3 - 5, rechts). Nach dem erfolgten Aushärteprozess stellt der verjüngte Bereich der RTM6-Geometrie eine Art Sollbruchstelle dar, an der die Matrix unter Zugbelastung horizontal versagt.

Der Durchmesser an der Verjüngung ist auf den Bereich von 380 - 800 µm festgelegt. Das untere Limit resultiert daraus, dass zwei halbkugelförmige Geometrien einem noch kleineren Sanduhrdurchmesser vorgezogen werden. Das verjüngte Harzvolumen „reißt“ somit bereits vor dem Aushärteprozess ab und es entstehen zwei Teile. Erreicht der Durchmesser an der Verjüngung Werte oberhalb von 800 µm, so übersteigt die Kraft an der Einschnürung die Adhäsion der Kontaktfläche Epoxidharz/PEEK. Nach dem Aushärteprozess löst sich in diesem Fall die komplette RTM6-Knochenform vom PEEK-Zugstab ab, was keinem reinen und vor allem definierten Matrixriss entspricht.

#### Durchführung der Messungen

Nach der Probenpräparation für verschiedene Schadensmechanismen wurden die HTA-Fasern durch ein weggesteuertes Verfahren der Traverse der Universalprüfmaschine der Firma Zwick/Roell (Typ zwickiLine Z5.0 TH) Zugbelastungen ausgesetzt. Die Traversengeschwindigkeit wurde in Abhängigkeit von der untersuchten Schädigung variiert (Faserbruch: 20  $\mu\text{m/s}$ , Faserauszug: 2  $\mu\text{m/s}$ , Matrixriss: 50  $\mu\text{m/s}$ ), da die Versagenskräfte der jeweiligen Schadensmechanismen sehr unterschiedlich waren. Nach der durchgeführten Messung wurde der jeweilige Schadensmechanismus durch das optische Mikroskop aufgezeichnet. Im Anschluss wurden im Fall des Faserauszugs die aufgeklebten C-Fasern mechanisch abgelöst, um für eine weitere Analyse der Faseroberfläche im Rasterelektronenmikroskop (REM) zur Verfügung zu stehen.

Für die SE-Analyse wurde ein Breitbandsensor vom Typ WD-HT der Firma Physical Acoustic Corporation verwendet. Dieser wurde, wie bereits beschrieben, vor dem Aushärtezyklus unter Verwendung der Koppelmittel Apiezon-L direkt unterhalb des Aluminiumstiftes an dem Block angebracht. Die Dicke des Koppelmittels sowie der Anpressdruck des Sensors an das Probenmaterial können auf die Übertragung des SE-Signals bzw. die Empfindlichkeit des Sensors einen erheblichen Einfluss haben. Um dies zu berücksichtigen und gleiche Versuchsbedingungen zu gewährleisten, wurden immer die gleiche Menge des Koppelmittels sowie das bereits erwähnte spezielle Federsystem zur Definition eines reproduzierbaren Anpressdrucks verwendet (siehe Abbildung 3 - 2).

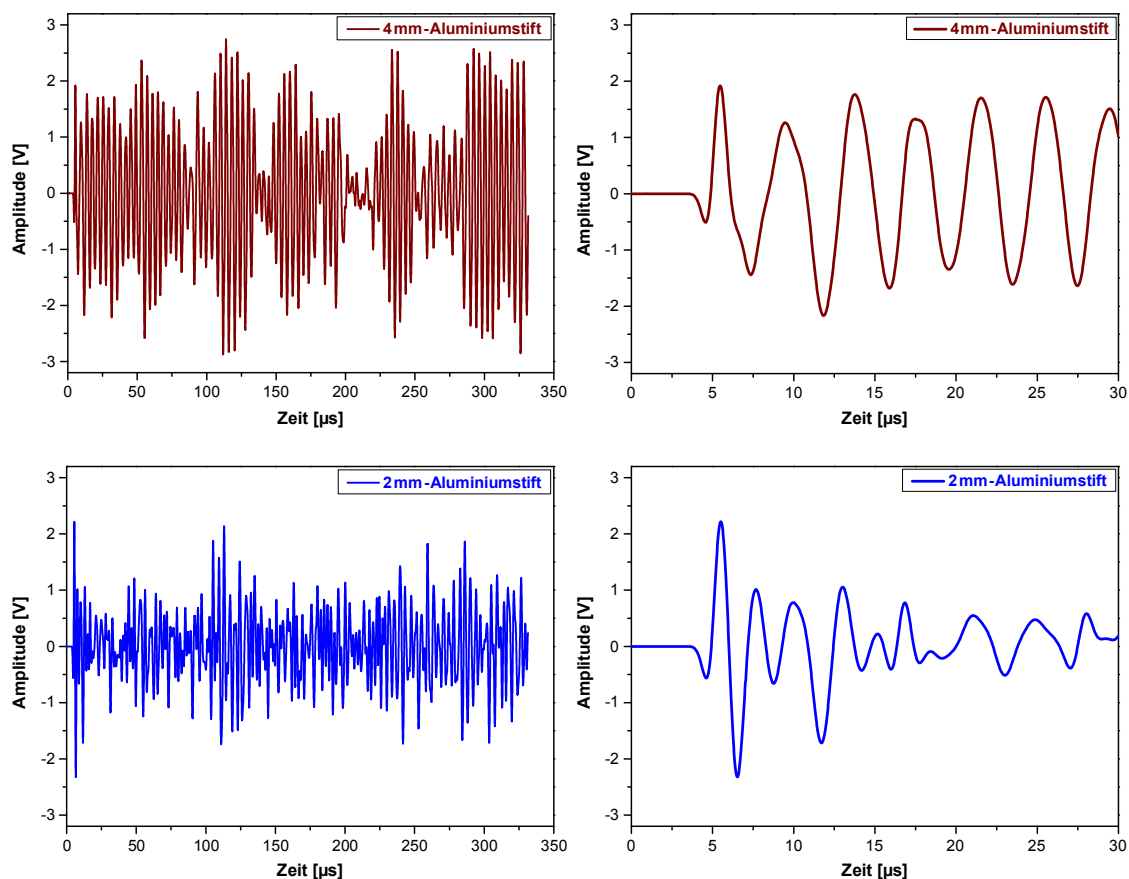
Die entstehende Schallemission wurde mit einem PCI-2-System und der Software AEwin (beides von der Firma Physical Acoustic Corporation) mit einer Abtastrate von 40 MS/s digitalisiert. Die Abmessungen des Aluminiumblockes erlauben ein reflexionsfreies Analysefenster des SE-Signals von 18  $\mu\text{s}$ . Für die Filterung von Störgeräuschen wurde ein Bandpass von 20 kHz - 3 MHz verwendet. Die Parameter für die schwellwertbasierte Triggerung wurden für den experimentellen Ablauf optimiert, so dass Störsignale und Reflexionen der Grenzflächen des Aluminiumblockes bei der Messung unerheblich waren. Es wurden eine PDT von 10  $\mu\text{s}$ , eine HDT von 80  $\mu\text{s}$  und eine HLT von 300  $\mu\text{s}$  gewählt. Die erforderliche Vorverstärkung sowie der Schwellwert orientieren sich an dem jeweiligen Experiment. Die Vorverstärkung für Faserbruch und Faserauszug betrug 40 dB. Ein Matrixriss erfolgte hingegen bei einer Einstellung von 20 dB Vorverstärkung, da ein Übersteuern der SE-Signale festgestellt wurde. Der Schwellwert wurde für Faserbruch und Matrixriss auf 45 dB eingestellt und für die Pull-Out-Messungen auf 25 dB herabgesetzt. Für eine nachträgliche Analyse und Interpretation der aufgenommenen Signalwellen wurde das Software-Paket Noesis 5.6 der Firma Enviroacoustics verwendet. Neben der manuellen Signalfilterung diente es vor allem der Parameterextraktion und der Klassifizierungsberechnung.

### 3.1.2 Entwicklung und Erschließung essentieller Kriterien des Messaufbaus

#### Anforderungen hinsichtlich der Schallwellenpropagation

Wie bereits zu Beginn des Kapitels angedeutet, ist neben den Abmessungen des Aluminiumblockes auch die Geometrie des Aluminiumstiftes für die Propagation des SE-Signals von Bedeutung. Die Höhe des Aluminiumstiftes hat im Gegensatz zur Breite auf die Schallwellenausbreitung einen erheblichen Einfluss.

Zur experimentellen Analyse wurden auf Aluminiumstiften ohne Vertiefung und unterschiedlicher Höhe Bleistiftminenbruchtests durchgeführt und der zeitliche Verlauf der detektierten Wellen miteinander verglichen. Für die SE-Messung wurde eine Abtastrate von 10 MS/s und eine Vorverstärkung von 20 dB verwendet. Die Parameter PDT/HDT/HLT wurden auf 10/80/300 eingestellt und der Schwellwert betrug 35 dB. In Abbildung 3 - 6 ist ein Vergleich der akustischen Signale bei Stifthöhen von 4 mm und 2 mm dargestellt. Während auf der linken Seite das komplett aufgezeichnete SE-Signal zu sehen ist, wird auf der rechten Seite nur das reflexionsfreie Zeitfenster abgebildet.

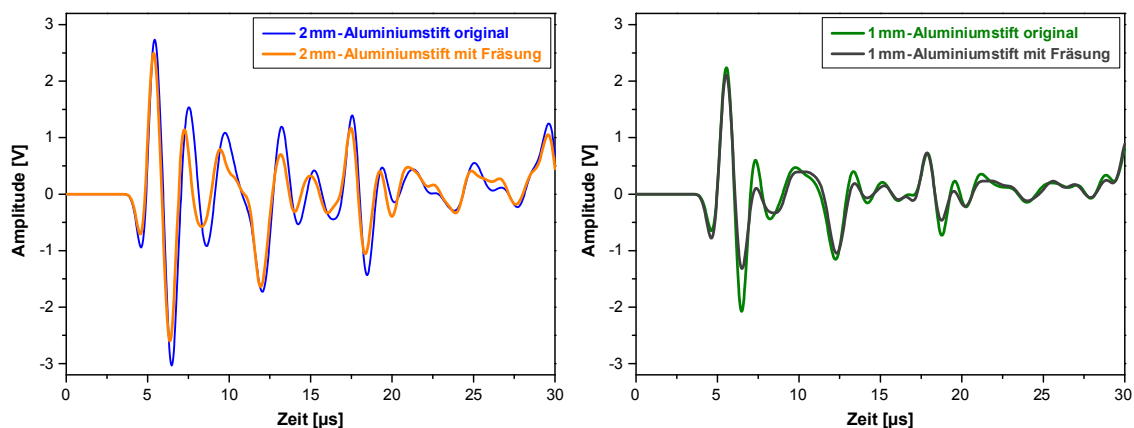


**Abbildung 3 - 6:** SE-Signale von Bleistiftminenbruchtest auf dem Aluminiumstift der MP bei unterschiedlichen Stifthöhen (oben: 4 mm; unten: 2 mm)

Bei dem 4 mm-Aluminiumstift ist der reflexionsfreie erste Teil des akustischen Signals von starken Resonanzen überlagert, wohingegen sich bei einer niedrigeren Stifthöhe von 2 mm der Ersteinsatz deutlich vom Rest des SE-Signals abhebt. Für den experimentellen Aufbau wird daher eine niedrige Stifthöhe bevorzugt.

Eine glatte Oberfläche des Aluminiumstiftes birgt die Gefahr, dass der RTM6-Tropfen beim Erhitzen und einer damit verbundenen Abnahme seiner Viskosität seitlich weglieft. Daher wurden in die Stifte kleine Vertiefungen gefräst (siehe Abbildung 3 - 10), so dass auch der niedrigviskose Tropfen trotz seiner geringen Oberflächenspannung ausreichend Halt findet und seine Form behält.

Es wurden Bleistiftminenbruchtests bei niedrigen Stifthöhen mit und ohne Fräsung durchgeführt. In Abbildung 3 - 7 werden Stifthöhen von 2 mm und 1 mm miteinander verglichen.



**Abbildung 3 - 7:** SE-Signale der Bleistiftminenbruchtest auf dem Aluminiumstift der MP bei unterschiedlichen Stifthöhen (links: 2 mm; rechts: 1 mm) mit und ohne eingebrachte Fräsung

Bei einer Aluminiumstifthöhe von nur 1 mm sind die Amplitudenunterschiede und damit die Trennung vom ersten Peak nach der Schwellwertüberschreitung zum Rest des SE-Signals am deutlichsten ausgeprägt. Die Fräsung ist für die Trennung noch einmal von Vorteil, da die Stifthöhe damit mittig weiter reduziert wurde. Vor allem die Amplitudendifferenz der beiden ersten Peaks zeigt sich begünstigt. Auf den Aluminiumstift komplett zu verzichten wurde zunächst nicht in Betracht gezogen, da er einen wesentlichen Vorteil mit sich bringt. Er eröffnet die Möglichkeit, ein Thermoelement direkt am „Hals“ des Aluminiumstiftes zu fixieren und somit die Aushärtetemperatur in unmittelbarer Nähe zum Harztropfen zu kontrollieren.

#### **Anforderungen hinsichtlich des thermischen RTM6-Aushärteprozesses**

Der SE-Sensor wird bereits vor dem Aushärtezyklus an dem Aluminiumblock befestigt. Er ist damit den hohen Aushärtetemperaturen des RTM6 ausgesetzt, was an den experimentellen Aufbau weitere Anforderungen stellt. Zunächst einmal muss ein SE-Sensor eingesetzt werden, welcher nicht durch die maximal vorliegende RTM6-

Aushärtetemperatur von 180 °C geschädigt wird. Da die maximale Einsatztemperatur der verwendeten WD-HT-Breitbandsensoren in der Regel ebenso auf maximal 180 °C beschränkt ist, befindet man sich im Grenzbereich der Sensoreigenschaften. Das Übertragungsverhalten von SE-Sensoren kann auf Basis der SE 02-Richtlinie verifiziert werden. Mit Hilfe einer Wellenanregung durch einzelne transiente (Burst-)Ereignisse und durch das wiederholte Messen wichtiger Merkmale der erzeugten Signale werden die Sensoren fortlaufend überprüft, so dass die Vergleichbarkeit von unterschiedlichen Messergebnissen gewährleistet ist.

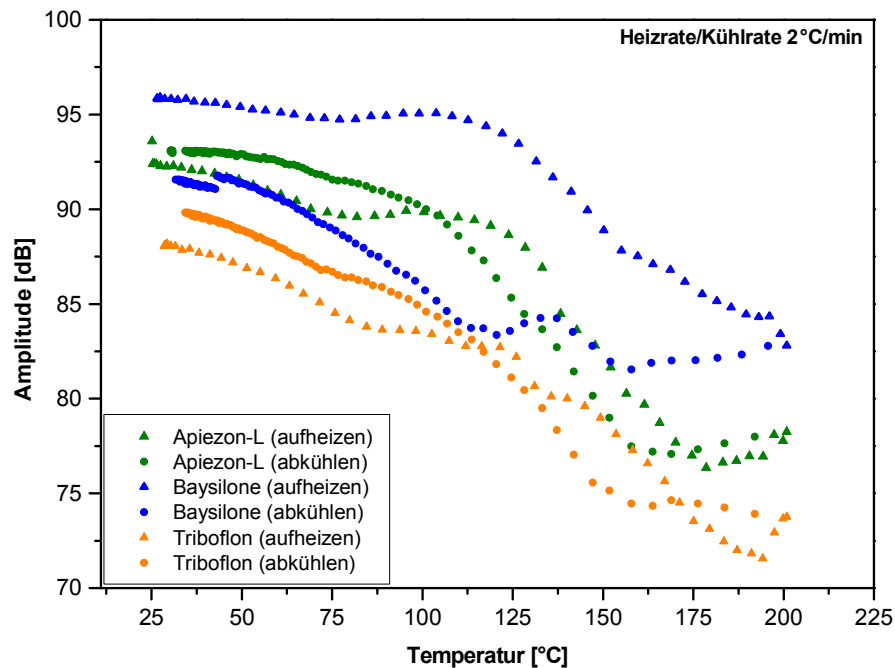
Es wurden regelmäßig Bleistiftminenbruchtests (Abtaste: 40 MS/s, Vorverstärkung: 40 dB, Schwellwert: 80 dB, PDT/HDT/HLT: 10/40/10000) an einem großen Aluminiumkalibrierblock durchgeführt, nachdem der verwendete WD-HT-Breitbandsensor in der MP der Aushärtetemperatur von 180 °C ausgesetzt wurde. Neben der *Amplitude* wurden die *Partial Power* Größen (siehe Tabelle 2 - 1 in Kapitel 2.4.6) des ankommenden Signals evaluiert. Aus Tabelle 3 - 2 ist ersichtlich, dass die charakteristischen Merkmale des verwendeten WD-HT-Sensors nahezu konstant bleiben und bei den verwendeten Temperaturen stabil sind.

	Messung 1	Messung 2	Messung 3	Messung 4
<i>Partial Power 1 [%]</i>	41	40	42	44,5
<i>Partial Power 2 [%]</i>	46	46	46	44
<i>Partial Power 3 [%]</i>	12	14	12	11,5
<i>Amplitude [dB]</i>	86	87,5	87	86

**Tabelle 3 - 2:** Verhalten der charakteristischen Merkmale des WD-HT-Sensors; zwischen den einzelnen Messungen war der Sensor in der MP einer Temperatur von 180 °C ausgesetzt

Die Unempfindlichkeit der Piezosensoren gegenüber hohen Temperaturen ist Grundvoraussetzung für eine erfolgreiche SE-Messung, jedoch muss auch das zur Übertragung des SE-Signals verwendete Koppelmittel temperaturbeständig sein. Zur Untersuchung des Temperatureinflusses auf die Güte der Ankopplung wurden zwei WD-Sensoren mit ihren Auflageflächen „face-to-face“ aneinander geklemmt und lediglich durch das zu untersuchende Koppelmittel getrennt. Während dem Ablauf eines Temperaturzyklus bis zu 200 °C bei einer Heiz-/Kühlrate von 2 °C/min pulste ein Sensor jede Minute ein rechteckiges Signal, der andere zeichnete es auf. In Abbildung 3 - 8 ist der Amplitudenverlauf des gemessenen Signals aufgezeigt. Baysilone (Bayer) hat bei Raumtemperatur mit 96 dB die höchste Amplitude aller untersuchten Koppelmittel, jedoch wird diese nach dem Abkühlen nicht mehr annähernd erreicht (92 dB) und die Ankopplung bleibt irreversibel geschädigt. Das aufgenommene Signal zeigt bei Verwendung von Apiezon-L und Triboflon ebenfalls mit steigender Temperatur einen deutlichen Amplitudenverlust, jedoch ist diese Abnahme reversibel. Beide Koppelmittel sind

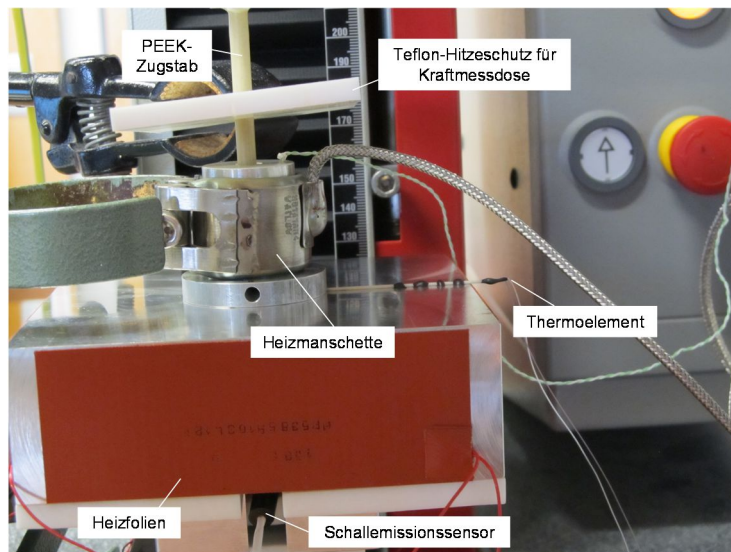
daher für das verwendete Aushärteprofil geeignet, aufgrund der höheren Amplitude ist die Entscheidung auf das Fett Apiezon-L gefallen.



**Abbildung 3 - 8:** Untersuchung der Amplitudenabhängigkeit eines SE-Signals unter Temperatureinfluss bei Verwendung verschiedener Koppelmittel

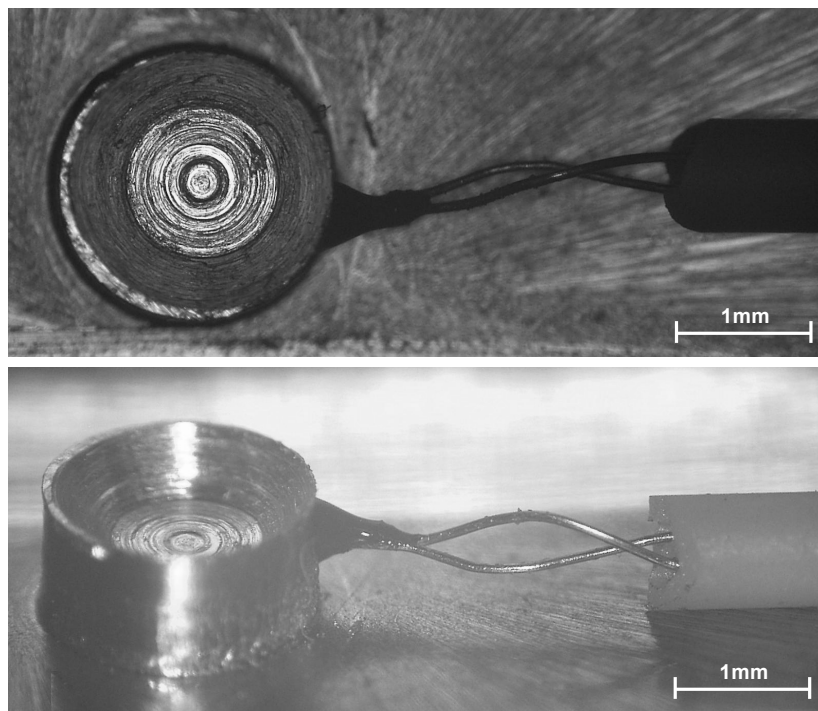
Eine essentielle Anforderung an den Aufbau der MP ist, dass das gesamte Volumen des RTM6-Tropfens konstant der gewünschten Aushärtetemperatur ausgesetzt ist. Nur auf diese Weise kann eine homogene Epoxidharzhärtung realisiert werden und die Faser-Matrix-Anbindung durch eine Variation des RTM6-Aushärtegrades definiert beeinflusst werden. Es werden zwei voneinander unabhängige Heizquellen eingesetzt. In Abbildung 3 - 9 erkennt man, dass eine homogene Temperaturverteilung im Aluminiumblock über Heizfolien eingestellt wird. Die verwendeten Silikonheizfolien der Firma Minco (Typ HR5385R103L12F) haben eine Abmessung von 38,10 mm x 104,10 mm und werden mittig auf die vier schmalen Seitenflächen des Propagationsblockes aufgeklebt. Die maximal nötige Temperatur für ein vollständiges Aushärten von RTM6 kann nicht erreicht werden, wenn die vier Heizfolien in Reihe geschaltet werden. Um die nötige Heizleistung zu reduzieren, besteht der Stromkreis aus einer Reihenschaltung von jeweils zwei parallel verknüpften Heizfolienpaaren.





**Abbildung 3 - 9:** Aufnahme der Heizmöglichkeiten an der MP

Es war wünschenswert, die Soll-Temperatur des Tropfens möglichst in direkter Nähe zu kontrollieren. Das verwendete Thermoelement wurde daher ausschließlich mit dem Aluminiumstift verbunden und der Kontakt mit restlichen Teilen des Blockes unterbunden. Die Fühler des Thermoelements wurden mit Hilfe des Zweikomponentenharzes Stycast (Emerson & Cuming) gemäß Abbildung 3 - 10 direkt am Hals des Aluminiumstiftes angeklebt.

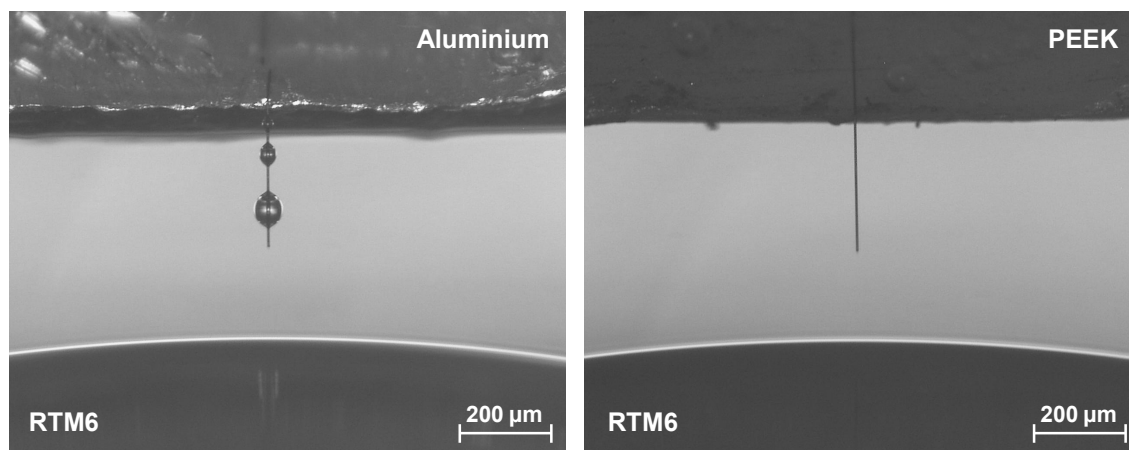


**Abbildung 3 - 10:** Stycast-Brücke zur Fixierung des Thermoelements am Aluminiumstift der MP



Um ein homogenes Aushärten des Epoxidharztropfens zu gewährleisten, muss neben der Auflagefläche des Tropfens (Aluminiumstift) auch seine Umgebungsluft auf die Zyklustemperatur gebracht werden. Hierfür wird der Aluminiumstift von einem Zylinder umgeben, der durch eine aufgesetzte Heizmanschette der Temperatur des Blockes simultan angeglichen wurde (siehe Abbildung 3 - 9). Durch die beiden individuellen Heizmöglichkeiten erfährt das aufgebrachte RTM6 von allen Richtungen die gleiche Temperatur, was den Ablauf einer homogenen Vernetzungsreaktion ermöglicht.

In Abbildung 3 - 9 ist erkennbar, dass der Zugstab mit der aufgeklebten HTA-Faser aufgrund der Verbindung zur Prüfmaschinentraverse nicht vollständig von dem Heizmanschettenzylinder umschlossen werden kann. Dies hat zur Folge, dass sich das Ende des Zugstabes in Richtung der Traverse auf Raumtemperatur befindet. Mögliche Auswirkungen des Materials bzw. der Wärmeleitfähigkeit des Zugstabes müssen deshalb analysiert werden. Es wurden mit Aluminium und PEEK zwei verschiedene Materialien für den Zugstab verwendet, die sich in Bezug auf die Wärmeleitfähigkeit als charakteristische Eigenschaft stark unterscheiden. Während Aluminium mit einem Wärmeleitfähigkeitskoeffizienten von  $236 \text{ W/m}\cdot\text{K}$  eine hohe Wärmeübertragung pro Zeiteinheit aufweist, gehört PEEK mit einem ungefähr tausend Mal niedrigeren Wert ( $\lambda = 0,25 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ ) eher zu den Dämmstoffen der Wärmeübertragung. Abbildung 3 - 11 zeigt mikroskopische Momentaufnahmen der aufgeklebten HTA-Faser bei einer Temperatur von  $130^\circ\text{C}$  während des Aushärtezyklus.



**Abbildung 3 - 11:** Auswirkung des Zugstabmaterials auf die Faser- und Faserumgebungstemperatur

Zwischen den beiden Enden der Zugstabes liegt ein Temperaturgradient vor, der sich stetig auszugleichen versucht. Im Falle des Aluminiums verursacht der Kältefluss von der Seite des aus dem Heizmanschettenzylinder herausstehenden Zugstabsende eine Diskrepanz zwischen der Soll-Temperatur des Reglers und der tatsächlich im Bereich der C-Faser vorliegenden Temperatur. Der Kältefluss überträgt sich bis auf die C-Faser, die damit deutlich kühler als der homogen aufgeheizte RTM6-Tropfen ist. Folg-

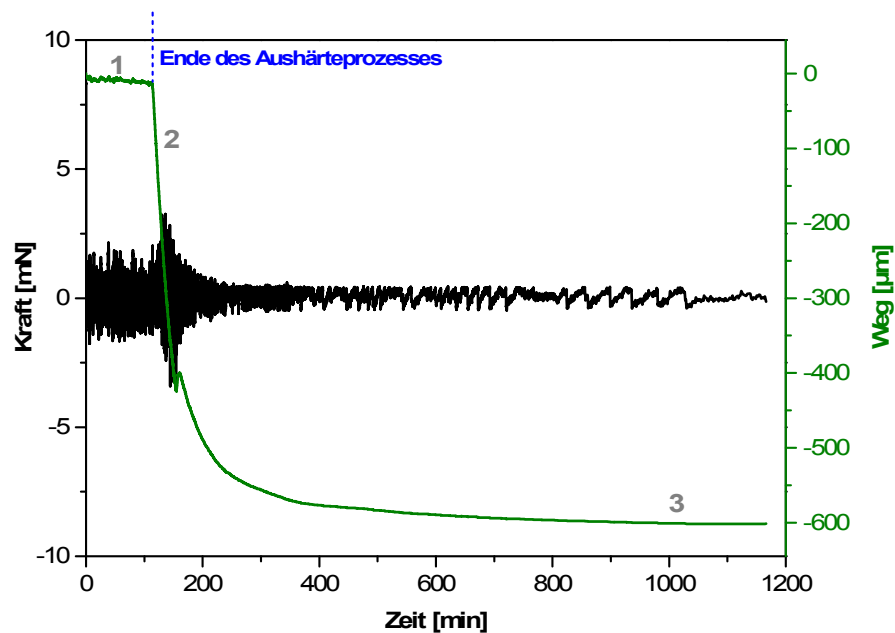
lich härtet das Matrixmaterial im Nahfeld der HTA-Faser nicht wie der Rest des Tropfens unter der gewünschten Temperatur aus. Es entstehen Inhomogenitäten, die eine saubere Einstellung des Härtegrades oder auch die gezielte Ausbildung einer bestimmten Interphase unmöglich machen. Der Unterschied zur Regeltemperatur ist so hoch, dass bereits verdampfte Komponenten des Epoxidharzes tropfenförmig an der C-Faser kondensieren und sich eine Art Perlenkette ausbildet (siehe Abbildung 3 - 11, links). Die SE-Messung ist bei der Erzeugung eines Faserbruchs auf direkte Weise fehlerbehaftet, da die HTA-Faser im Bereich des Bruchvorgangs mit kondensierten Harzpartikeln verunreinigt ist und damit nicht ausschließlich das reine Filament bricht.

Das Temperaturprofil eines Zugstabes aus PEEK erfährt im Gegensatz zu Aluminium keine stetige Veränderung durch den ausgleichenden Wärmefluss. Erreicht man vom Traversenende kommend den Bereich, der von dem Heizmanschettenzylinder umgeben ist, so erhöht sich die Temperatur des Zugstabes aufgrund der schlechten Wärmeleitfähigkeit des PEEK sprunghaft auf die Soll-Temperatur. C-Faser und Matrixtropfen sind zur gleichen Zeit auf derselben Temperatur, so dass sich während des gesamten Aushärtezyklus keine Harztröpfchen an der C-Faser ablagern (siehe Abbildung 3 - 11, rechts). Für die gesamten Messungen an der MP wird PEEK als Material der Zugstäbe verwendet, da sich damit sowohl Härtegrade als auch Interphaseneigenschaften reproduzierbar herstellen lassen.

Der letzte essentielle Schritt zur erfolgreichen Umsetzung des experimentellen Aufbaus der MP ist die Berücksichtigung der thermischen Ausdehnung des gesamten Versuchssapparates sowie der chemischen Schrumpfung des Matrixmaterials. Die Erwärmung der MP während des Aushärtezyklus sorgt für eine thermische Ausdehnung der unterschiedlichen Komponenten. Die HTA-Faser wird bei Erreichen der maximalen Aushärtetemperatur in den Matrixtropfen eingeführt, da ab diesem Zeitpunkt für die restliche Dauer des Härtingszyklus keine weiteren Verschiebungen zu erwarten sind. Nach einer gewissen Zeit ist eine Anbindung zwischen HTA-Faser und Epoxidharz zu bemerken, indem die chemische Schrumpfung des RTM6 Zugkräfte auf die C-Faser überträgt. Diese können die Faser-Matrix-Anbindung oder auch das reine Filament schädigen. Um das zu verhindern, wird an der Prüfmaschine ein Regelprogramm gestartet. Die Prüfmaschine kann auftretende Zug- und Druckspannungen ausgleichen. Die Traverse wird hierzu so verfahren, dass auftretende Kräfte sofort neutralisiert werden.

Abbildung 3 - 12 zeigt den vollständigen zeitlichen Verlauf direkt nach der Anbindung der C-Faser an die Matrix samt dem gesamten Abkühlprozess eines Experiments. Der schwarze Kurvenverlauf zeigt die Kraftregelung. Die Kraftnullpunktlinie erfährt lediglich abweichende Oszillationen von maximal  $\pm 3$  mN. Der Traversenweg (grüne Kurve) fällt noch während des Aushärteprozesses leicht ab (Bereich 1), um den entstehenden Zugspannungen aufgrund der chemischen Schrumpfung des Polymers entgegenzuwir-

ken. Mit Beendigung des Aushärtezyklus kühlen die einzelnen Komponenten des experimentellen Aufbaus ab. Auch in diesem Fall entstehen Zugspannungen auf die HTA-Faser, die erneut kompensiert werden müssen. Zunächst verfährt die Traverse aufgrund der Abkühlrampe von  $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$  linear (Bereich 2). Die Kühlung des Aluminiumblockes ist nach einer gewissen Zeit zu träge, um der Temperaturregelung zu folgen. Die zunächst zeitlich lineare Änderung des Traversenwegs nähert sich asymptotisch einem konstanten Wert an (Bereich 3), welcher nach dem kompletten Abkühlen der beteiligten Versuchsbauteile erreicht wird.

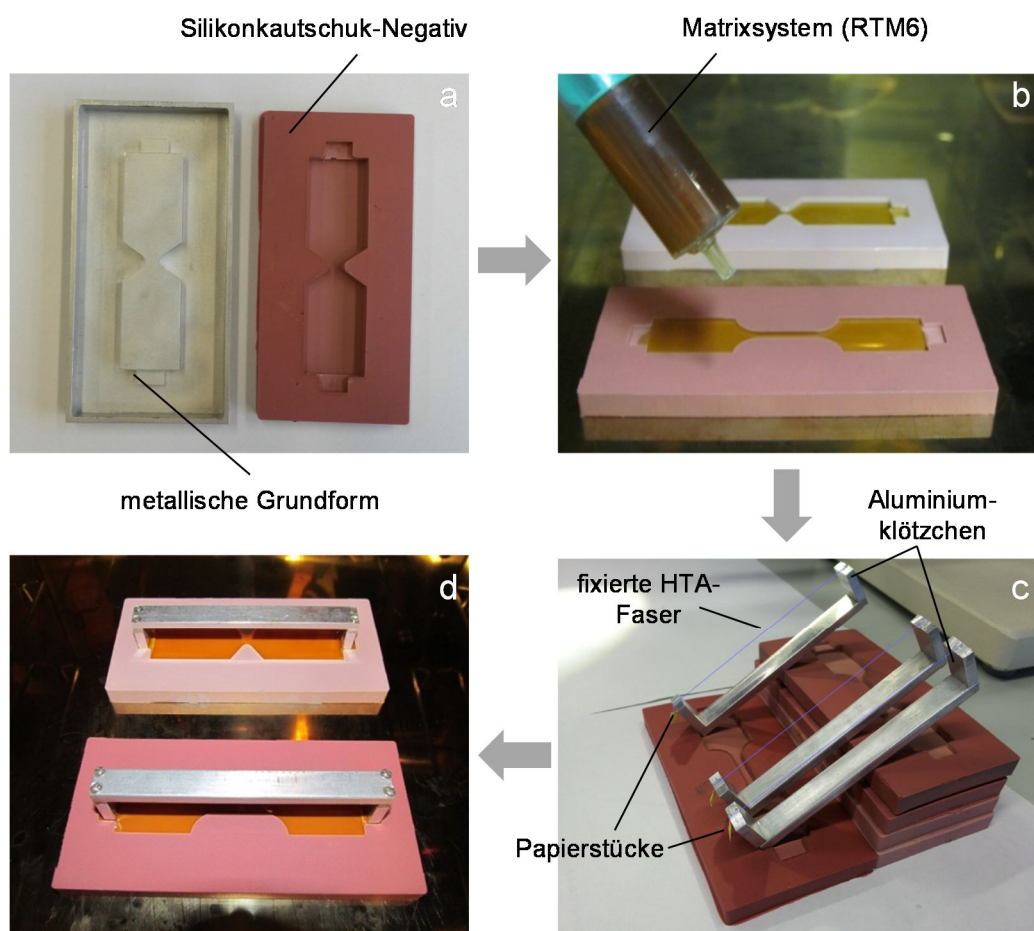


**Abbildung 3 - 12:** Kraftregelung und Weg der Prüfmaschine nach dem Ende des Aushärtezyklus an der MP

## 3.2 Einzelfaserfragmentierung

### 3.2.1 Probenherstellung

Die Präparation der Proben für die Einzelfaserfragmentierung erfolgte in mehreren Schritten, die in Abbildung 3 - 13 dargestellt sind. Zunächst wird eine metallische Grundform gefertigt, die die gewünschte Geometrie abbildet. Diese Form wird mit dem Silikonkautschuk Elastosil® M4601 A/B (Wacker Silicones) aufgefüllt. Nach dem Vernetzungsprozess kann das Reaktionsprodukt als gummiartiges Negativ entnommen werden (Abbildung 3 - 13 a).



**Abbildung 3 - 13:** Prozesskette für die Herstellung von Einzelfaserfragmentierungsproben

Elastosil repräsentiert einen kommerziellen 2-Komponenten Silikonkautschuk, der aufgrund seiner charakteristischen Eigenschaften als Abformmasse ideal geeignet ist. Es gehört zur Gruppe der kaltvernetzenden Kautschuke (RTV: Room Temperature Vulcanizing), wobei das Elastomer durch eine Additionsvernetzung gebildet wird. Es wird als ein RTV2-System bezeichnet, da zwei reaktive Komponenten vorliegen. Diese be-

finden sich bereits im stöchiometrisch richtigen Verhältnis in der Komponente A, so dass den flüssigen Polymeren durch die zweite Komponente B lediglich ein gelöster Katalysator hinzugefügt wird (Gewichtsanteile A:B=9:1). Die Vulkanisation der beiden Reaktionspartner ist additiv, so dass keine Spaltprodukte bei der Vernetzung freigesetzt werden. Folglich ist die dreidimensionale Schrumpfung vernachlässigbar klein ( $<0,1\%$ ) und es kann eine blasenfreie Gießform als Grundlage einer sauberen Probenherstellung realisiert werden. Das rotbraune Produkt ist bis zu Temperaturen von  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$  stabil sowie gegen kommerzielle Epoxidharze beständig, wodurch das Elastomer als Gießform für das RTM6 eingesetzt werden kann.

Das RTM6 wird zunächst zur Reduzierung der Viskosität auf  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$  erhitzt. Daraufhin kann die sich verflüssigende Masse unter Verwendung einer Aufziehspritze in die Kautschukform gegossen werden (siehe Abbildung 3 - 13 b).

Um eine einzelne C-Faser in die Knochenform zu integrieren, muss sie auf einem speziell angefertigten Aluminiumgestell fixiert werden. Im ersten Schritt wird eine einzelne HTA-Faser mittels einer Pinzette aus einem Bündel separiert und an den beiden Enden mit Sekundenkleber auf kleine Papierstücke der Größenordnung von ungefähr  $1\text{ cm}^2$  aufgeklebt. Im Anschluss wird die C-Faser vorsichtig über die Aluminiumklötzchen des Gestells gelegt. Um eine exakte Positionierung der C-Faser zu gewährleisten, besitzen die Auflageflächen der Klötzchen mittig eine Kerbe kaum größer als der Faserdurchmesser. Die Papierstücke hängen an den Klötzchen frei nach unten, wodurch die C-Faser unter geringfügiger Spannung steht und mit Hilfe eines Keramikklebers auf den Auflageflächen befestigt werden kann (Abbildung 3 - 13 c). Das Verbindungsstück zwischen den Klötzchen definiert deren Abstand und somit auch die Länge der eingebetteten C-Faser und auch der gesamten Knochenform. Nach einem kurzen Austrocknen des Keramikklebers wird das Gestell in das Silikonkautschuk-Negativ eingeführt, indem die Klötzchen auf eigens vorgesehene Auflageflächen bei halber Probendicke platziert werden (Abbildung 3 - 13 d). Für das Aushärten des Matrixsystems steht ein programmierbarer Ofen der Firma Carbolite® (Typ 3216) zur Verfügung.

Nach dem erfolgten Aushärteprozess und dem Abkühlen der Probe wird sie aus der Kautschuk-Form entnommen und einer mechanischen Nachbehandlung unterzogen. Zunächst wird die Probe plan- und feingeschliffen. Dies ist notwendig, um mögliche Wölbungen des Harzsystems zu beseitigen, die durch ein Befüllen der Kautschuk-Form mit zu viel oder zu wenig Epoxidharzvolumen entstehen können. Die Probe ist nach dem Schleifprozess planparallel und wird zur Endbearbeitung der Oberflächen mehreren Polierschritten unterzogen. Damit erreicht die Probe die nötige optische Transparenz, so dass die C-Faser und auch die nach der Zugprüfung ersichtlichen Schädigungen an der C-Faser und in deren Nahfeld mikroskopisch analysiert werden können. Die verwendeten Parameter der Schleif- und Poliervorgänge sind in Tabelle 3 - 3 zusammengefasst.

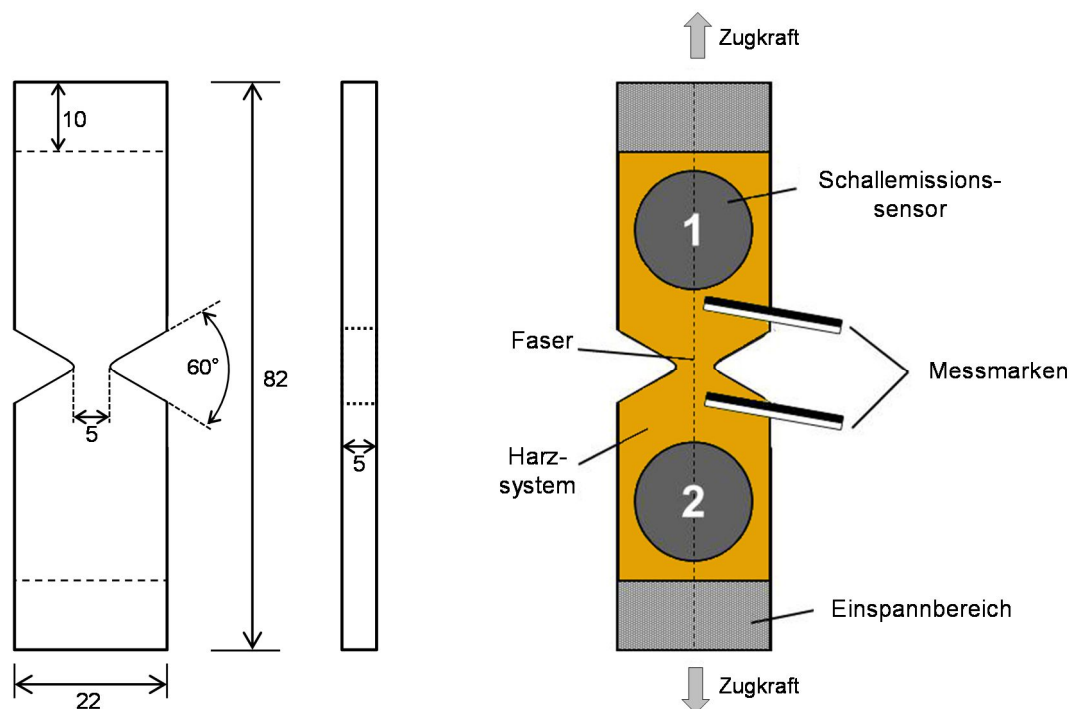
### 3. EXPERIMENTELLES

Prozess	Unterlage (+Suspension)	Rotations- geschwindigkeit [min <sup>-1</sup> ]	Prozess- dauer [min]	Anpress- kraft [N]
Planschleifen	• SiC-Papier # 320	300	1	120
Feinschleifen	• SiC-Papier # 500	300	1	120
	• SiC-Papier # 1200	300	1	120
	• SiC-Papier # 4000	300	1	120
Polieren	• MD-Dac + DiaPro Dac 3 µm	150	2	120
	• MD-Nap + DiaPro Nap-R 1 µm	150	2	120
	• MC-Chem + OP-S 0,04 µm	150	1	60

**Tabelle 3 - 3:** Übersicht der verwendeten Parameter der Schleif- und Poliervorgänge der Einzelfaserfragmentierungsproben

#### 3.2.2 Versuchsdurchführung

Die Geometrie der hergestellten Proben orientiert sich an Messungen von Haselbach et al. und ist dem linken Teil von Abbildung 3 - 14 zu entnehmen [130]. Die Länge von 82 mm und die Breite von 22 mm sind durch die Maße der Silikonkautschukform direkt festgelegt.

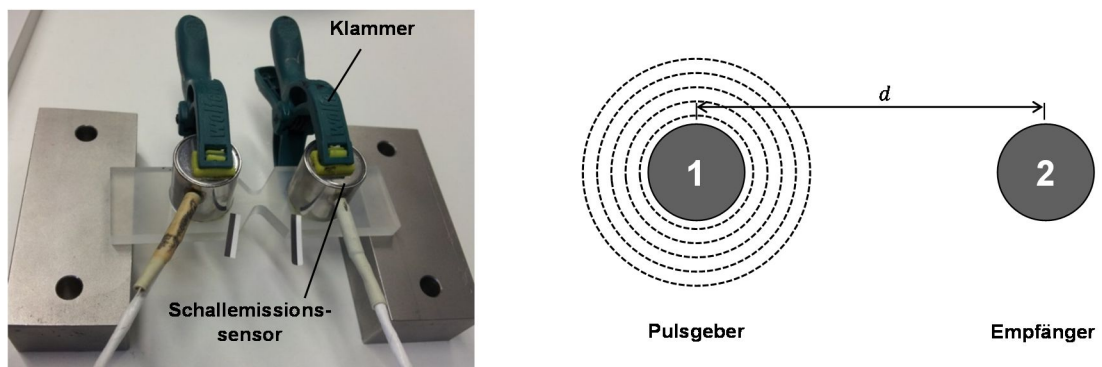


**Abbildung 3 - 14:** Bemaßung in mm (links) und schematischer Messaufbau für Zugversuch und Schallemissionsanalyse (rechts) der Einzelfaserfragmentierungsproben

Die Verjüngung wird unter einem Winkel von 60° in der Probenmitte eingefügt. Die Probendicke wird bei dem Schleifprozess dem schmälsten Bereich der Verjüngung

entsprechend auf 5 mm reduziert, so dass an der Sollbruchstelle eine quadratische Querschnittsfläche vorliegt. Eine zu große Einfüllmenge des Harzsystems in die Kautschukform und die daraus resultierende Probendicke kann durch den Schleifprozess korrigiert werden. Wird hingegen ein zu geringes Harzvolumen eingegossen, so kommt es bei den Proben zu Abweichungen bezüglich der Probendicke, da die 5 mm nicht mehr erreicht werden können. Es werden nur Proben für die Messungen verwendet, die die gewünschte Dicke erreicht haben.

Im Anschluss werden die mechanisch bearbeiteten Proben für den eigentlichen Einzelfaserfragmentierungstest vorbereitet. Für die Aufzeichnung der SE-Signale werden zwei piezoelektrische WD-Sensoren der Firma Physical Acoustics verwendet. Sie werden, wie im rechten Teil von Abbildung 3 - 14 zu erkennen, linear zur Faserrichtung ober- und unterhalb des verjüngten Bereichs angebracht. Dies ermöglicht eine eindimensionale Lokalisierung der SE-Quellen. Die Sensoren werden mit Kunststoffklammern an der Probenoberfläche fixiert, um einen reproduzierbaren Anpressdruck zu gewährleisten. Die mittelviskose Silikonpaste Baysilone von Bayer wird als Koppelmittel verwendet. Abbildung 3 - 8 zeigt, dass Baysilone für Messungen bei Raumtemperatur, die auch bei der Durchführung der Einzelfaserfragmentierungstests vorliegt, hinsichtlich einer guten Ankopplung sehr gut geeignet ist. Vor jeder Messung wird ein automatischer Sensortest (AST) durchgeführt, indem die beiden Sensoren gemäß der in Abbildung 3 - 15 dargestellten Anordnung abwechselnd als Pulsgeber oder Empfänger angesteuert werden.

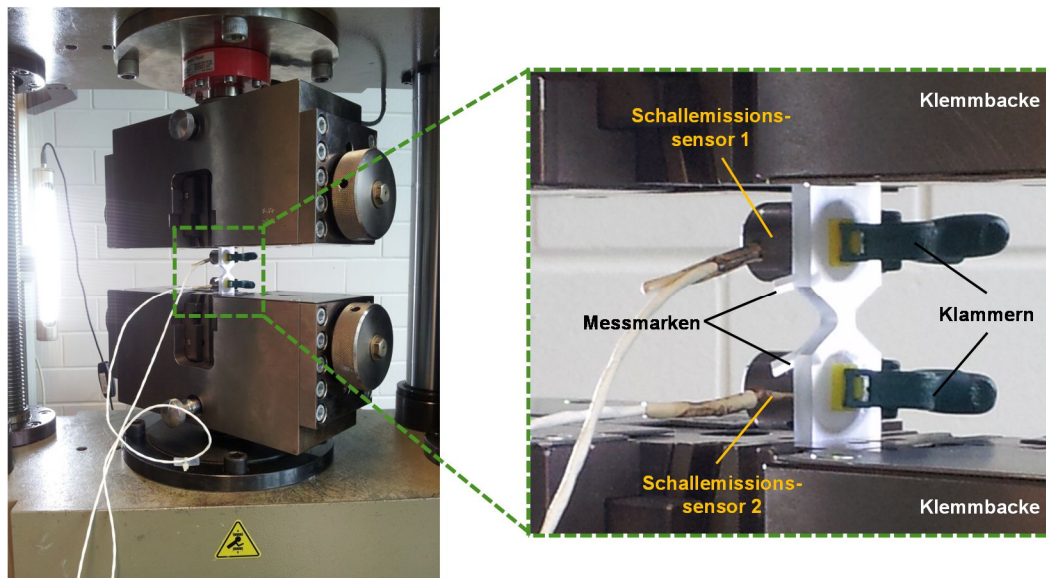


**Abbildung 3 - 15:** Befestigung der SE-Sensoren auf der Einzelfaserfragmentierungsprobe (links), schematische Darstellung des automatischen Sensortests (rechts)

Neben der Ankopplung kann dadurch auch die Sensibilität beziehungsweise die Funktionsfähigkeit der Sensoren überprüft werden. Des Weiteren kann mit Hilfe des AST-Tests über die gemessenen Ankunftszeiten der Pulse bei bekanntem Sensorabstand  $d$  die Schallgeschwindigkeit im Material bestimmt werden, was eines der entscheidenden Kriterien für eine erfolgreiche Lokalisierung ist.



Die SE-Messung wird begleitend zu den Fragmentierungstests durchgeführt. Die Probe wird in die Universalprüfmaschine 1464 der Firma Zwick Roell eingebaut, indem sie durch zwei Klemmbacken fixiert wird (siehe Abbildung 3 - 16).



**Abbildung 3 - 16:** Positionierung einer Einzelfaserfragmentierungsprobe in der Prüfmaschine

Der eingespannte Probenbereich beträgt an beiden Klemmbacken 10 mm. Das erlaubt genug Platz für das Anbringen der Sensoren auf der Knochenform, aber auch eine ausreichende Befestigung der wenig rauen Probe zur Vermeidung eines Durchrutschens unter Zugbelastung. Nachdem eine Vorkraft von 10 N angefahren wurde, ist die Probe mit einer Prüfgeschwindigkeit von 0,2 mm/min bis zum kompletten Versagen der Knochenform belastet worden. Zur Bestimmung der Längenänderung werden oftmals Ansetzaufnehmer oder Dehnmessstreifen verwendet. Sie berühren jedoch bei einer Materialprüfung im Allgemeinen die Probe, so dass bei der SE-Messung eine Vielzahl an unerwünschten Störgeräuschen auftreten kann. Unter Verwendung eines optischen Extensometers der Firma Zwick Roell (Typ VideoXtens) kann eine berührungslose Messung bei den Fragmentierungstests durchgeführt werden. Das Extensometer orientiert sich an Messmarken, die einen deutlichen schwarz-weiß Kontrast aufweisen. Diese stören weder die mechanische Prüfung noch die begleitende SE-Messung. Für die CCD-Kamera muss der Kontrast für eine optimale Längenbestimmung in axialer Probenrichtung eindeutig sein. Deshalb werden die Messmarken zur Optimierung der Auflösung leicht schräg auf das Probenmaterial geklebt (siehe Abbildung 3 - 14 rechts). Die entstehende Schallemission wurde unter Verwendung einer Abtastrate von 10 MS/s und einer Vorverstärkung von 60 dB digitalisiert. Die Parameter PDT/HDT/HLT wurden auf 10/80/300 eingestellt, der Schwellwert auf 35 dB festgelegt.

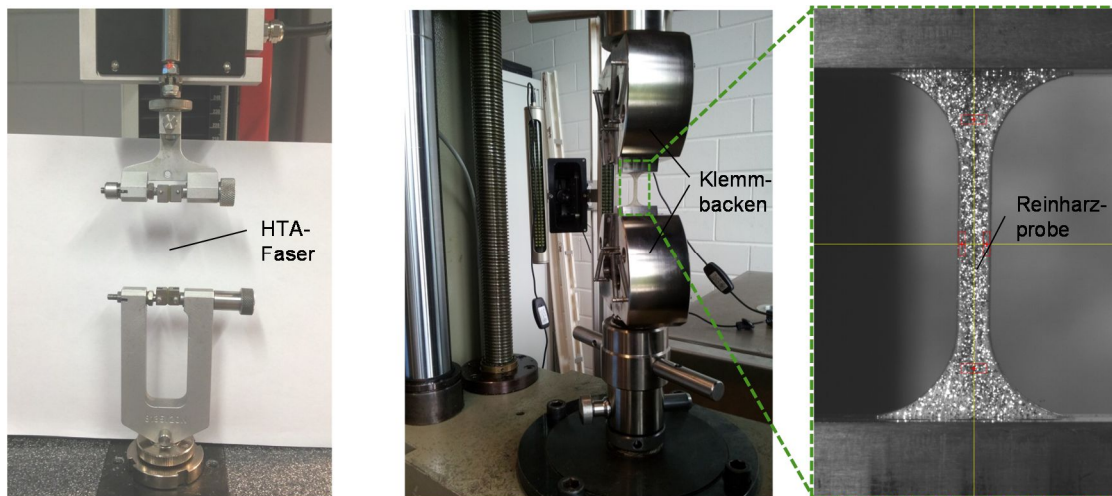


### 3.2.3 Auswertungsansätze

Wie bereits in Kapitel 2.1.1 bemerkt, nimmt der Wärmeausdehnungskoeffizient von C-Fasern in Faserrichtung negative Werte an. Während dem Aushärteprozess der Einzelfaserfragmentierungsproben verkürzen sich die C-Fasern dementsprechend mit steigender Temperatur. Die entstehenden thermischen Druckspannungen werden durch die Vernetzung des Epoxidharzes eingefroren und müssen durch die von der Matrix übertragenen Zugkräfte kompensiert werden. Erst danach können eigentliche Zugspannungen in der C-Faser aufgebaut werden, was eine Faserfragmentierung ermöglicht.

Der Einfluss der eingefrorenen thermischen Druckspannungen wird mit Hilfe der Finiten Elemente Methode (FEM) genau untersucht, so dass eine Prognose für eine erfolgreiche Faserfragmentierung gegeben werden kann. Anhand bestimmter mechanischer Kennwerte wurde festgestellt, ob die Spannung in der HTA-Faser ( $\sigma_F$ ) ihre abgebildete Versagensspannung ( $\sigma_{F,max}$ ) unmittelbar vor dem finalen Bruch der makroskopischen Probe übersteigen kann. Auf diese Art und Weise wird gezeigt, ob die im Aushärteprozess eingefrorenen Druckspannungen zu groß sind, um das Einzelfaserfilament durch sich in der C-Faser aufbauende Zugspannungen zu schädigen. Dem numerischen Modell muss nicht nur die exakte Geometrie des experimentellen Aufbaus übergeben werden, sondern auch bestimmte mechanische Materialeigenschaften des verwendeten Faser-Matrix-Systems.

Von den verwendeten HTA-Fasern wird die Zugfestigkeit benötigt, welche prinzipiell dem Datenblatt entnommen werden kann. Die Zugfestigkeit einer C-Faser korreliert jedoch wie bereits erwähnt mit ihrer freien Prüflänge. Daher werden Zugprüfungen an Einzelfasern durchgeführt, bei denen die Einspannlänge der HTA-Faser mit der Faserlänge in den Fragmentierungsproben abgeglichen ist. Auch hierfür wird die Universalprüfmaschine der Firma Zwick/Roell (Typ zwickiLine Z5.0 TH) verwendet. Es werden einzelne C-Fasern aus Bündeln separiert und mit Hilfe zweier Klemmbacken in der Prüfmaschine fixiert (siehe Abbildung 3 - 17 links). Neben der Notwendigkeit, die Prüflänge der C-Faser dem Fragmentierungstest anzupassen, gilt es darauf zu achten, dass die C-Faser exakt parallel zur Zugrichtung ausgerichtet ist. Nach dem Anfahren einer Vorkraft von 1 mN werden die einzelnen Filamente bis zum Bruch belastet. Alle Einzelfaserbruchtests werden weggesteuert mit einer Traversengeschwindigkeit von 10 mm/min durchgeführt.



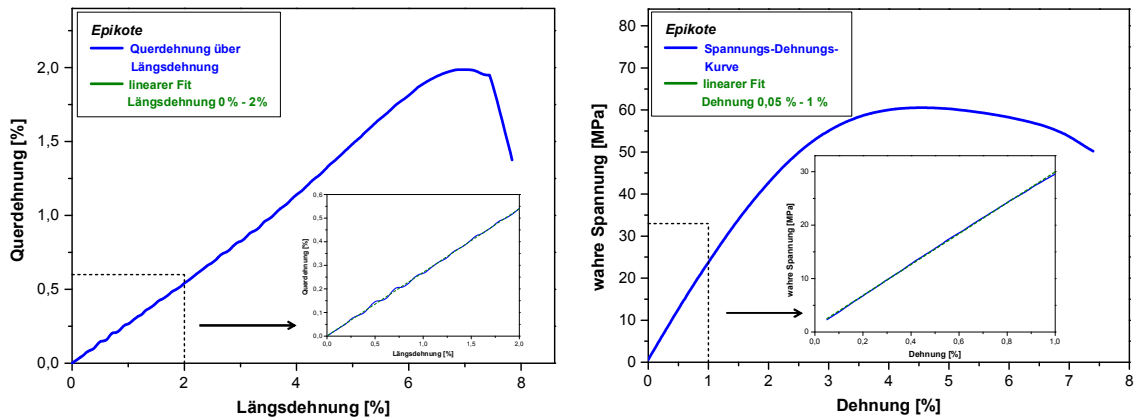
**Abbildung 3 - 17:** Experimenteller Aufbau für die Zugprüfungen an Einzelfasern (links) und an Reinharzproben (rechts) zur Ermittlung der mechanischen Kennwerte

Die Zugfestigkeit der C-Faser errechnet sich aus dem Verhältnis der gemessenen Bruchkraft und dem Faserdurchmesser. Für die Bestimmung des Durchmessers der HTA-Faser wurde ein Schliffbild von 10 Fasern präpariert, die Durchmesser mikroskopisch ermittelt und ein entsprechender Mittelwert berechnet und verwendet.

Für eine fundierte FEM-Modellierung bedarf es auch der Bestimmung einiger mechanischer Kennwerte des jeweiligen Harzsystems. Neben der Zugfestigkeit müssen auch das Elastizitätsmodul und die Poisson-Zahl ermittelt werden. Hierzu werden in den Silikonkautschuk-Formen reine Harzproben ausgehärtet, die ebenfalls einen verjüngten Bereich besitzen (Länge: 82 mm, Breite: 18 mm, Dicke: 3 mm, Breite an der Verjüngung: 3 mm). Sie werden analog zu den Einzelfaserfragmentierungsproben plan geschliffen und in der Universalprüfmaschine 1464 (Zwick Roell) geprüft. Zu Beginn der Messungen wird jeweils eine Vorkraft von 5 N angefahren. Anschließend werden die Reinharzproben mit 1 mm/min weggesteuert bis zum Bruch belastet. Die verwendeten Klemmbacken als auch die Geometrie der Reinharzproben sind in Abbildung 3 - 17 zu sehen. Die Längs- bzw. Querdehnung wird auch in diesem Fall über das Videoextensometer aufgenommen. Die Probe muss nicht zwingend transparent sein oder bleiben, da im Anschluss an die Messung keine eingebettete Faser analysiert werden muss. Daher werden die Dehnungsänderungen nicht über Messmarken, sondern durch aufgesprühte Metallpartikel ermittelt. Das VideoXtens ist durch die Grauerterkennung des auf die Probenoberfläche gesprühten Musters in der Lage, die Längs- und Breitenänderung simultan zu ermitteln.

Aus dem negativen Verhältnis der Querdehnung zur Längsdehnung lässt sich die Poisson-Zahl des Harzsystems berechnen. Der Elastizitätsmodul kann anhand der Steigung des linearen Bereichs der Spannungs-Dehnungskurve bestimmt werden.

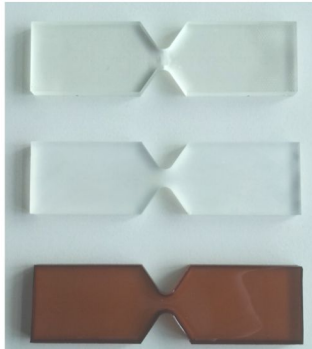
Die Bestimmung der beiden Parameter ist in Abbildung 3 - 18 anhand einer Probe des Matrixsystem Epikote (siehe unten) dargestellt:



**Abbildung 3 - 18:** Bestimmung der Poissonzahl (links) und des E-Moduls (rechts) an einer beispielhaften Epikote-Probe

Neben den mechanischen Parametern sind noch andere Werte für eine Modellierung nötig. So werden die Dichte des Harzsystems unter Verwendung eines Helium-Pyknometers und der thermische Ausdehnungskoeffizient mit Hilfe eines Dilatometers quantifiziert.

Die genauen Ergebnisse der FEM-Modellierung werden in Kapitel 4.1.2 ausführlich dargestellt. Generell prognostizieren die Simulationsergebnisse für die Maximaltemperaturen des RTM6-Aushärtezyklus und den damit verbundenen thermischen Druckspannungen in der HTA-Faser, dass eine erfolgreiche Fragmentierung des Filaments unmöglich ist. Aufgrund dieser These wurden auch mehrere Epoxidharze mit deutlich niedrigeren Aushärtetemperaturen untersucht, bei denen das Modell von einer erfolgreichen Faserfragmentierung ausgeht. Eine Auflistung der verschiedenen Epoxidharze und ihre Aushärteprozesse gibt Tabelle 3 - 4 wieder:

Matrixsystem	Aushärteprozess	
Epofix	<ul style="list-style-type: none"> <li>12 h RT</li> </ul>	
Epikote (Resin L20 + curing agent 960)	<ul style="list-style-type: none"> <li>3 h 30-40 °C + 8 h 60 °C (A)</li> <li>12 h 80 °C (B)</li> </ul>	
RTM6	<ul style="list-style-type: none"> <li>15 h 100 °C</li> <li>30 min 120 °C + 100 min 135 °C (60 %)</li> <li>30 min 120 °C + 140 min 135 °C (80 %)</li> </ul>	

**Tabelle 3 - 4:** Übersicht über die verwendeten Matrixsysteme und ihre zugehörigen Aushärtezyklen (links), Aufnahmen der ausgehärteten Einzelfaserfragmentierungsproben (rechts)

Neben RTM6 werden die Harzsysteme Epofix (Struers) [131, 132] und Epikote (Momentive) [133, 134] in Kombination mit HTA-Fasern bei den Einzelfaserfragmentierungstests untersucht.

## 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

In diesem Kapitel werden sowohl die Ergebnisse der Messungen an der MP als auch des Einzelfaserfragmentierungstests präsentiert. Zunächst werden für beide Methoden die unterschiedlichen mikroskopischen Schadensmechanismen einzeln diskutiert und miteinander verglichen (Kapitel 4.1). Es wird auf die Ergebnisse der mikroskopischen Aufnahmen, der mechanischen Prüfungen sowie auf die ausgewerteten SE-Signale im Zeit- und Frequenzspektrum detailliert eingegangen. Um die Auswirkungen der Faser-Matrix-Anbindung bzw. der sich ausbildenden Interphase auf den Einzelfaser-Modellverbund zu untersuchen, werden die Oberflächenbeschaffenheit der HTA-Fasern (Kapitel 4.2) und auch der Härtegrad des Epoxidharzes (Kapitel 4.3) variiert. Abschließend wird in Kapitel 4.4 eine Korrelation der SE-Analyse zu der Bruchmechanik der unterschiedlichen Schadensmechanismen dargestellt, indem die Abhängigkeit der SE-Amplituden von der maximalen Versagungskraft aus den mikromechanischen Tests analysiert wird.

### 4.1 Diskussion der einzelnen Schadensmechanismen

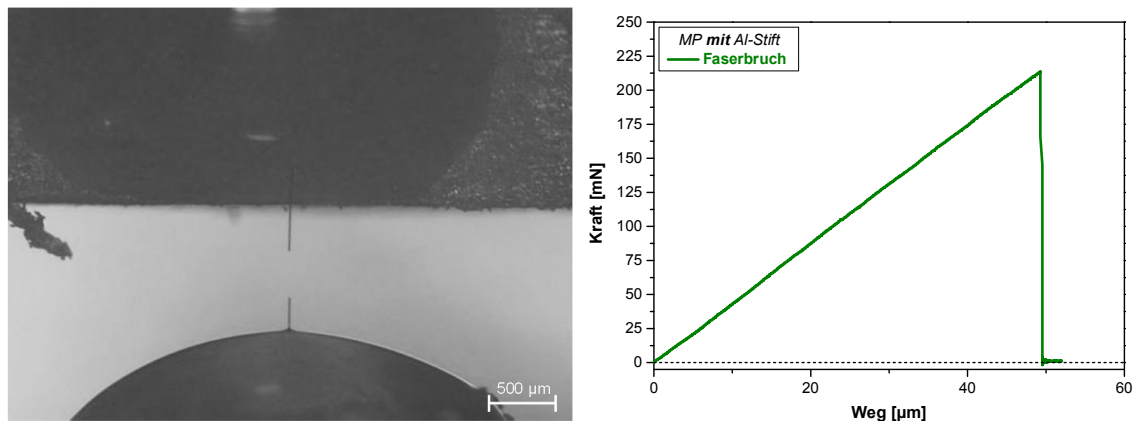
#### 4.1.1 Mikromechanische Prüfvorrichtung

Wie in Kapitel 3.1.1 beschrieben, können mit der MP einige der grundlegenden Schadensmechanismen in Faserverbundwerkstoffen einzeln hergestellt und das dazugehörige SE-Signal aufgezeichnet werden. Die Schadensmechanismen werden auf einem dafür vorgesehenen Aluminiumstift generiert. Im Folgenden werden jeweils eine Lichtmikroskopieaufnahme der Erzeugung eines Faserbruchs, eines Faserauszugs und eines Matrixrisses und deren zugehörige Kraft-Weg-Kurven abgebildet.

##### **Faserbruch**

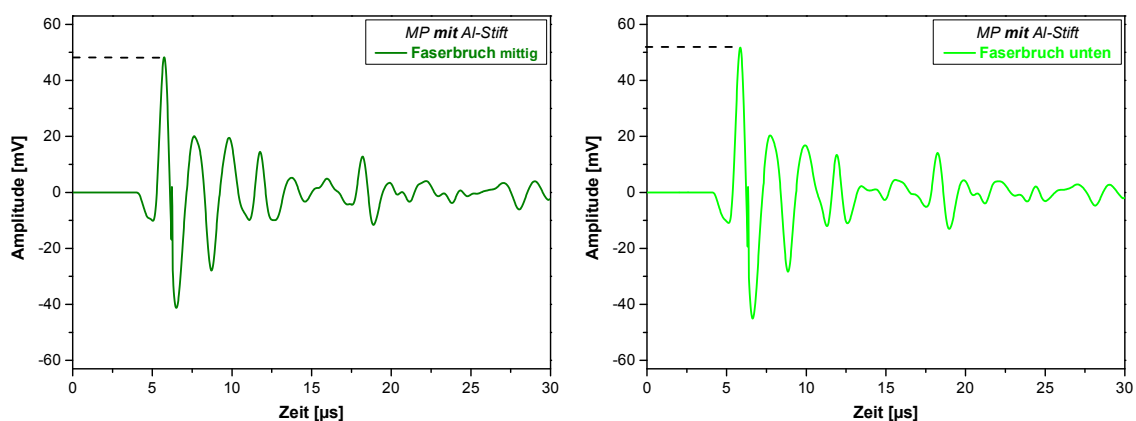
Bei dem in Abbildung 4 - 19 mittig auftretenden Faserbruch steigen die Kraft und damit auch die Spannung über dem Weg linear an, bis die Zugfestigkeit der C-Faser überschritten wird und die Faser bricht. Die Steigung der Kraft-Weg-Kurve ist durch das Verhalten des experimentellen Aufbaus bestimmt. Die Steifigkeit des Systems kann auf zwei Wegen variieren. Eine Möglichkeit die Steifigkeit der präparierten Einzelfaser-

Modellverbunde zu beeinflussen ist eine unterschiedliche freie Faserlänge. Sie wurde daher in der gesamten Versuchsreihe konstant eingestellt. Die Steifigkeitsänderung wird durch eine andere Möglichkeit erreicht, sobald die HTA-Faser auf dem Zugstab nicht exakt mittig aufgeklebt ist. Das Ausdehnen des Zugstabes während dem Aushärtezyklus bewirkt, dass die eingebettete C-Faser beim Abkühlvorgang aus der axial mittigen Ausrichtung zum Tropfen abweicht. Eine leichte Verzerrung bzw. Schiefelage der C-Faser ist die Folge. Dieser Grund ist hauptsächlich für die unterschiedlichen Steifigkeiten verantwortlich.



**Abbildung 4 - 19:** Lichtmikroskopieaufnahme (links) und zugehöriges Kraft-Weg-Diagramm (rechts) eines erzeugten Faserbruchs

Die exakte Position des Faserbruchs ist nicht von vornherein festgelegt, sondern letztlich nur durch die Lage der Defekte innerhalb der C-Faser bestimmt. In den durchgeführten Versuchsreihen wurden Brüche im gesamten Bereich der freien Faserlänge beobachtet, was jedoch keinen Einfluss auf die entsprechende SE-Messung hat. In Abbildung 4 - 20 sind die SE-Signale von unterschiedlichen Faserbrüchen zu sehen.

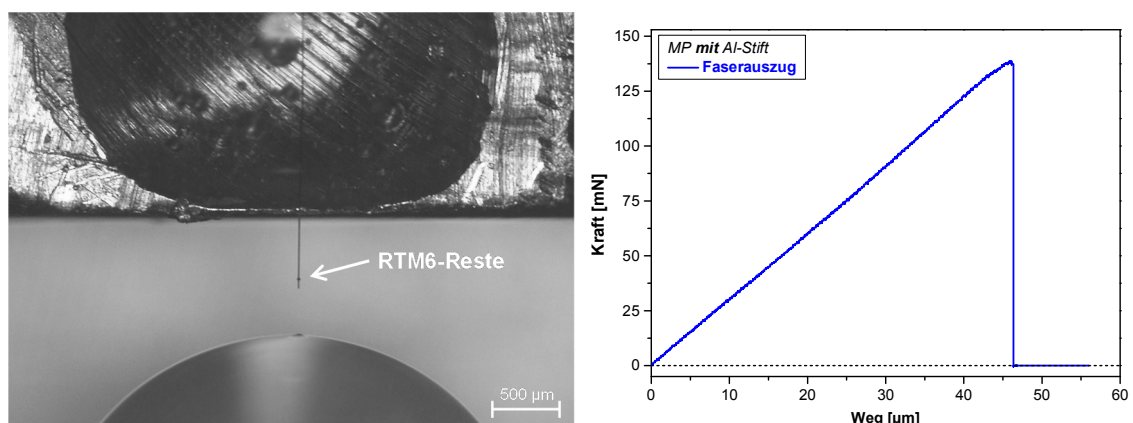


**Abbildung 4 - 20:** SE-Signal eines mittigen Faserbruchs (links) und eines Faserbruchs in der Nähe des Matrixtropfens (rechts) mit leicht variierender Maximalamplitude

Bei dem links abgebildeten SE-Signal ist die HTA-Faser mittig gebrochen, während das akustische Signal im rechten Teil das Resultat eines Versagens in der Nähe des Harztropfens ist. Die SE-Signale der beiden Faserbrüche sind nahezu identisch, was die Reproduzierbarkeit der SE-Messungen von Faserbrüchen belegt. Die nach dem Bruch verbliebene Faserlänge ist demnach für die Wellenausbreitung unerheblich. Die auftretende Dämpfung kann bei Brüchen im oberen Teil der freien Faserlänge im Vergleich zu Brüchen im unteren Teil als höher angenommen werden. Beide C-Fasern aus Abbildung 4 - 20 haben bei vergleichbarer Kraft versagt. Die Differenz in der Amplitude des SE-Signals kann als ein Indiz für die variierende Dämpfung gewertet werden. Die Differenz ist jedoch kaum feststellbar, da bei allen Messungen die Dämpfung des SE-Signals im Matrixmaterial und vor allem im, verglichen zur freien Faserlänge, sehr hoch dimensionierten Aluminiumblock überwiegt.

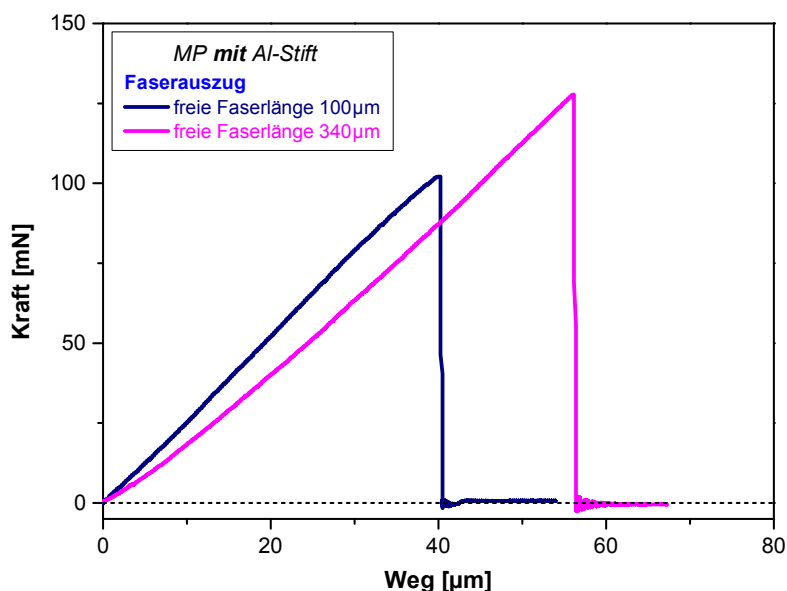
### Faserauszug

Der Einzelfaser-Pull-Out der verwendeten HTA-Faser als weitere Schädigungsart ist in Abbildung 4 - 21 dargestellt. Die Mikroskopieaufnahme zeigt die C-Faser nach dem Auszug aus dem Matrixtropfen. Am freien Ende der C-Faser sind Reste der Matrix zu erkennen. Das Faser-Matrix-Debonding breitet sich daher nicht nur entlang der Grenzfläche aus, sondern bevorzugt an dem schmalen Meniskus des Harztropfens den Rissfortschritt durch die Matrix. Spätere Untersuchungen (siehe Kapitel 4.2) zeigen, dass eine stark ausgeprägte Faser-Matrix-Anbindung für dieses Verhalten verantwortlich ist. Am Harzmeniskus ist die Festigkeit des Epoxidharzes geringer als die der Interphase, so dass sich das Faser-Matrix-Debonding nicht mehr entlang der C-Faser ausbreitet. Es handelt sich also um kein reines Faser-Matrix-Debonding gefolgt von einem Faser-Pull-Out, da auch eine Matrixschädigung involviert ist. Betrachtet man den Kraft-Weg-Verlauf des Einzelfaserauszugs aus Abbildung 4 - 21, so erkennt man, dass der Kurvenverlauf dem des Faserbruchs entspricht.



**Abbildung 4 - 21:** Lichtmikroskopieaufnahme (links) und zugehöriges Kraft-Weg-Diagramm (rechts) eines erzeugten Faserauszugs

Ein starkes Abknicken des Kurvenverlaufs vor dem Kraftmaximum aufgrund einer Rissentstehung ist nicht zu beobachten, wofür es zwei mögliche Erklärungen gibt. Zum einen ist es möglich, dass sich das RTM6-System so spröde verhält, dass simultan zur Rissentstehung die gesamte Anbindung versagt. Andererseits wäre es auch möglich, dass sich das System des experimentellen Aufbaus aufgrund einer sehr hohen freien Faserlänge nicht steif genug verhält, um eine Rissentstehung und -ausbreitung in den Kraft-Weg-Kurven darstellen zu können. Kalinka et al. zeigten, dass sich bereits in diesem Stadium des Experiments die Faser durch ein stabiles Risswachstum von der Matrix ablösen kann [67]. Besitzt das System eine geringe Steifigkeit, so führt das Risswachstum zu keinem Abknicken der Kraft-Weg-Kurve. Um diesen Sachverhalt zu klären, wurde die freie Faserlänge bei einigen Auszugsexperimenten deutlich reduziert. In folgender Abbildung ist das Ergebnis des Vergleiches zweier Auszugsversuche mit einer freien Faserlänge von 340  $\mu\text{m}$  (55  $\mu\text{m}$  Einbettlänge) und 100  $\mu\text{m}$  (40  $\mu\text{m}$  Einbettlänge) dargestellt:



**Abbildung 4 - 22:** Vergleich der Kraft-Weg-Kurven zweier Faserauszüge bei unterschiedlichen freien Faserlängen

Aus Abbildung 4 - 22 ist ersichtlich, dass die Maximalkraft beim Versagen der Faser-Matrix-Anbindung aufgrund der eingestellten Einbettlänge (15  $\mu\text{m}$  Differenz) Unterschiede aufweist. Eine geringere freie Faserlänge und somit erhöhte Steifigkeit des Systems hat im Gegensatz dazu keine Änderung im Verlauf des Kraft-Weg-Diagramms hinsichtlich des linearen Kraftanstiegs hervorgerufen. Beide Kurven verlaufen bis zum vollständigen Versagen durchwegs linear. Der Reduzierung der freien Faserlänge des Systems sind Grenzen gesetzt, da sich die „eingestellte“ freie Faserlänge durch das Schrumpfen des RTM6-Volumens im Verlauf des Aushärtezyklus erhöht. Nach Abbildung 4 - 22 bewirkt eine niedrigere freie Faserlänge einen steileren Anstieg der Kraft-

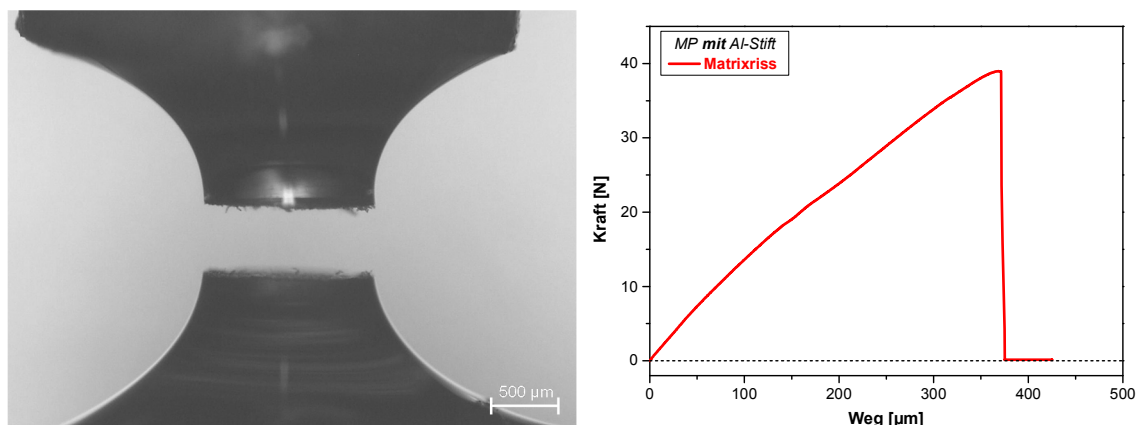


Weg-Kurve, jedoch können auch Unterschiede in Bezug auf die axialsymmetrische Ausrichtung der HTA-Faser dieses Verhalten hervorrufen.

Nach dem kompletten Ablösen der HTA-Faser am Kraftmaximum kommt es zu einem abrupten Abfall der Kraft. Die Anbindung des Faser-Matrix-Systems ist so stark gewesen, dass der zurückgelegte Traversenweg der Prüfmaschine die Einbettlänge der C-Faser am Zeitpunkt des Einzelfaserauszugs übertrafen hatte. Folglich ist die C-Faser nach ihrer Ablösung vollständig aus dem Matrixtropfen herausgeschlüpft, so dass das Stadium des reibungsinduzierten Faserauszugs für den Fall einer beschichteten HTA-Faser in Kombination mit RTM6 nicht beobachtet werden konnte.

### Matrixriss

Ein erfolgreich erzeugter Matrixriss ist in Abbildung 4 - 23 dargestellt. Die Aufnahme mit dem digitalen Lichtmikroskop zeigt die beiden Harzhälften, die durch einen horizontalen Riss an der schmalsten Stelle des Probenkörpers verblieben sind. Bei der kompletten Versuchsreihe propagiert der Riss ausschließlich gerade und in horizontaler Richtung, so dass nach Ablauf der Zugprüfung eine Bruchfläche mit kreisförmigem Querschnitt vorliegt.

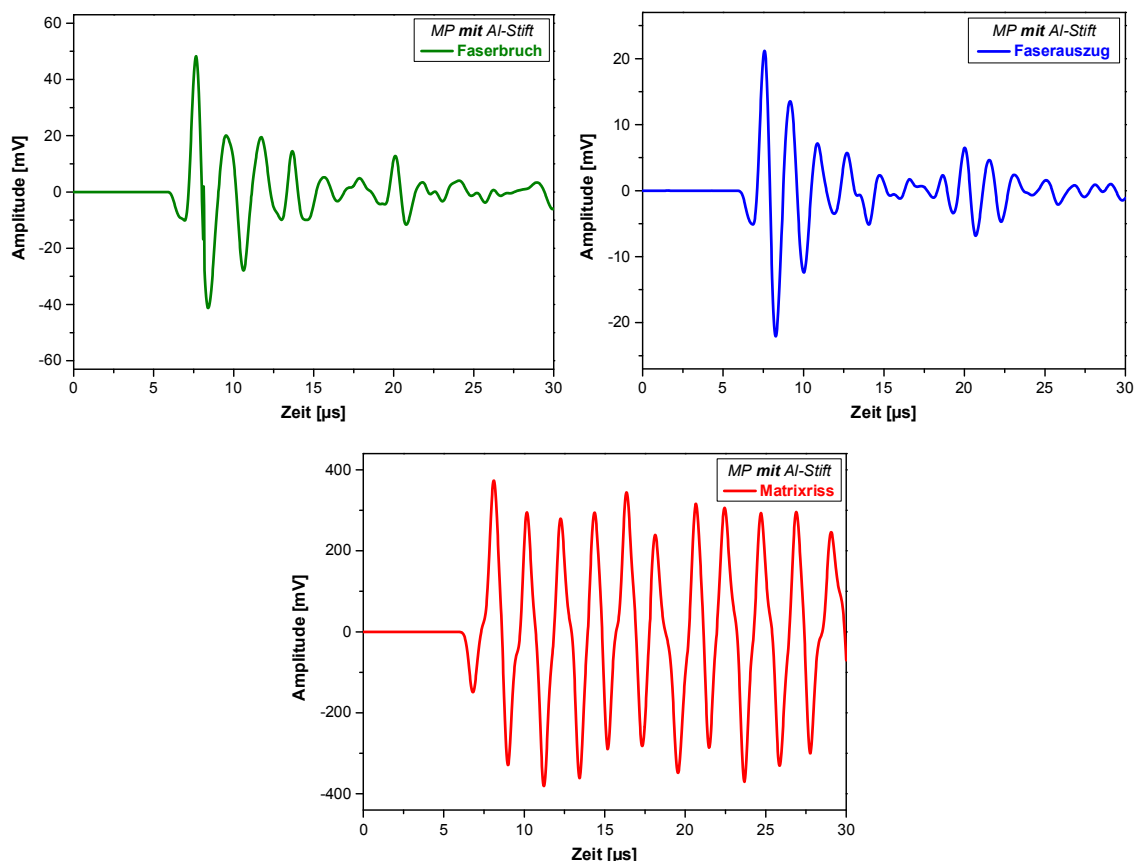


**Abbildung 4 - 23:** Lichtmikroskopieaufnahme (links) und zugehöriges Kraft-Weg-Diagramm (rechts) eines erzeugten Matrixrisses

Wie bereits in Kapitel 3.1.1 beschrieben, ist der Durchmesser an der verjüngten Stelle der sanduhrförmigen Proben sowohl zu niedrigen als auch zu hohen Werten limitiert. Die Durchmesser an der Probenverjüngung variierten bei den Matrixrissen zwischen 380 µm und 800 µm. Die Kraft-Weg-Kurve zeigt den erwarteten Verlauf. Die maximale Zugkraft entspricht erneut der Bruchkraft, bei der das spröde RTM6-System schlagartig versagt. Die erreichten Bruchkräfte sind mindestens um den Faktor 100 höher als bei den Faserbrüchen oder den Faserauszügen, jedoch ist die Festigkeit des Matrixmaterials unter Berücksichtigung des erhöhten Durchmessers bzw. der Bruchfläche letztlich kleiner als die Festigkeit bei den anderen beiden mikroskopischen Schadensmechanismen.

## Schallemissionsanalyse

Bei allen drei Schadensmechanismen zeichnete das SE-Equipment ausschließlich bei der maximalen Bruchkraft ein SE-Signal auf. Während bei dem Faserbruch und dem Matrixriss nur ein SE-Signal erzeugt werden kann, sind beim Einzelfaserauszug zusätzliche Signale hinsichtlich der Rissentstehung, des Risswachstums oder des reibungsinduzierten Auszugs möglich. Rissentstehung und -wachstum werden entweder aufgrund des spröden Systems direkt von dem Signal des Faserauszugs überlagert bzw. wurden von diesem dominiert, oder es gingen die vor dem kompletten Versagen auftretenden SE-Signale der Rissentstehung im natürlichen Rauschen verloren. Die HTA-Faser hat in Kombination mit dem RTM6-Matrixsystem während des Aushärtezyklus so viel elastische Energie gespeichert, dass sie beim Versagen der Anbindung zur Matrix vollständig aus dem Tropfen springt und keine akustischen Reibgeräusche erfasst werden konnten. Betrachtet man die aufgezeichneten SE-Signale, so wird deutlich, dass sich bei den drei verschiedenen Schadensmechanismen sowohl Gemeinsamkeiten als auch Unterschiede in den SE-Signalen finden lassen. Im Fall der MP wird im Zeitraum immer der in Abbildung 4 - 24 dargestellte Bereich betrachtet.



**Abbildung 4 - 24:** SE-Signale der verschiedenen Schadensmechanismen erzeugt an der MP (mit 2 mm-Aluminiumstift)

Der erste Teil der Welle ist besonders charakteristisch und die vom Sensor detektierten Volumenwellen werden nicht von Signalreflexionen innerhalb des begrenzt dimensionierten Aluminiumblockes dominiert. Das SE-Signal des Faserbruchs und des Faserauszugs zeigen das gleiche charakteristische Verhalten. Die Amplitude der Signale fällt nach einem deutlichen Ersteinsatz sehr schnell ab. Das beim Versagen zur Schwingung um eine neue Gleichgewichtslage angeregte Volumen, was für die Ausbildung der Schallwelle im Material maßgeblich ist, sowie die Abstrahlrichtung sind bei beiden Schädigungsarten vergleichbar. Die große Ähnlichkeit beider SE-Signale ist somit begründet. Die Amplitude der Signale variiert bei den Faserbrüchen aufgrund der natürlichen intrinsischen Defektverteilung. Bei den Faserauszügen ist die Amplitude direkt an die Einbettlänge gekoppelt, liegt aber immer unterhalb der Faserbruch-Amplituden. Das SE-Signal des Matrixrisses zeigt so gut wie keine Dämpfung und es wiederholen sich die Wellenmaxima nahezu monofrequent. Vergleicht man die Bruchkräfte mehrerer Matrixrisse mit stark unterschiedlichen Durchmessern an der Probenverjüngung, so sind nach Tabelle 4 - 5 deutliche Unterschiede erkennbar.

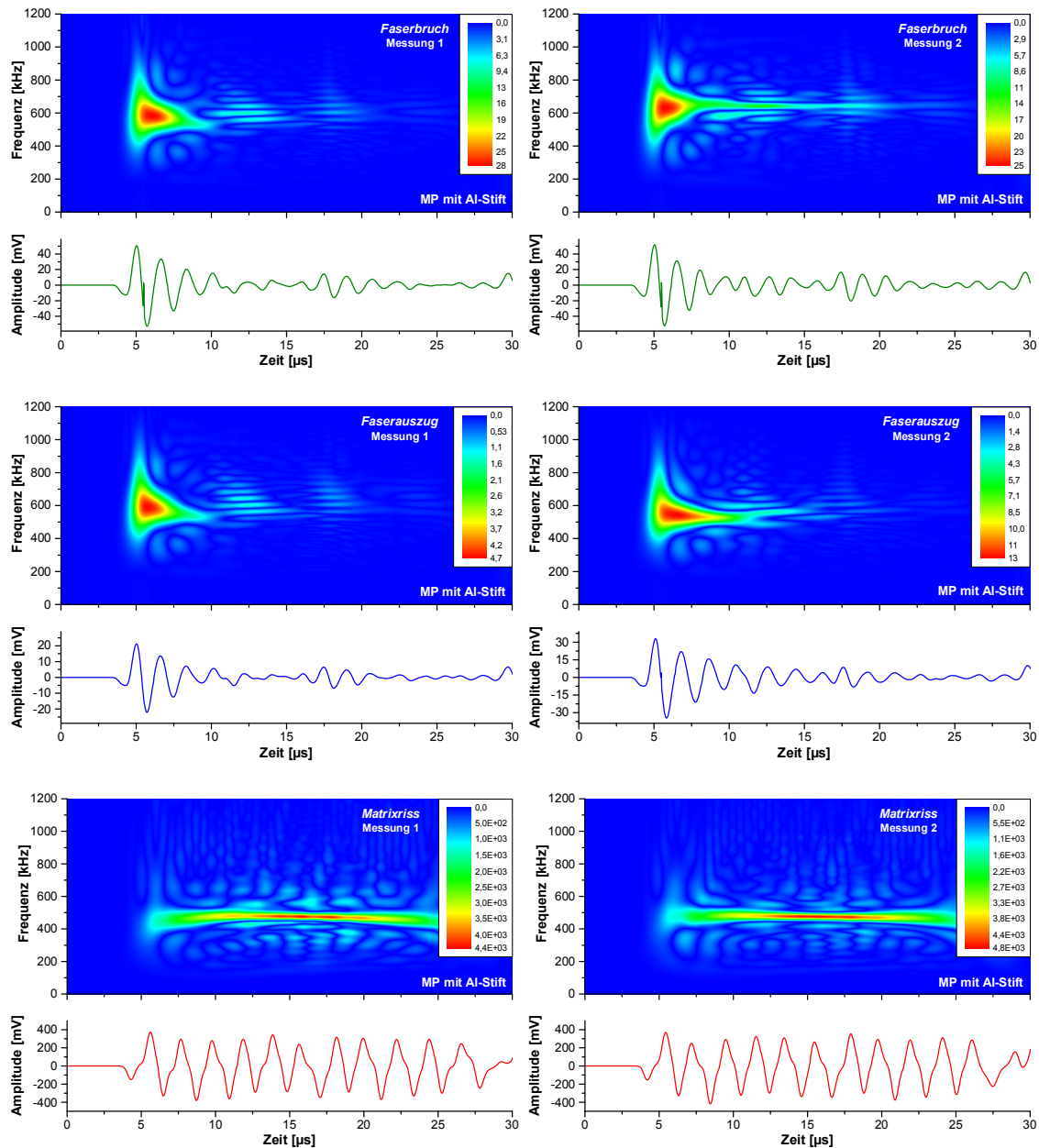
Matrixrisse	Durchmesser an Verjüngung [µm]	Bruchkraft [N]	maximale SE-Amplitude [mV]
Probe 1	380	13,01	3,50
Probe 2	505	21,35	3,53
Probe 3	650	38,97	3,70
Probe 4	800	54,02	3,73

**Tabelle 4 - 5:** Bruchkraft von Matrixrissen bei unterschiedlichen Durchmessern an der Probenverjüngung in der MP im Vergleich zur maximal erzeugten SE-Amplitude

Dies müsste sich direkt auf die SE-Amplitude auswirken, da die angeregten Volumenwellen im Aluminiumblock als Ausbreitungsmedium aufgrund eines geringen Schallabsorptionskoeffizienten des Metalls nur eine sehr geringe Dämpfung erfahren. Im direkten Vergleich sind die Maximalamplituden der SE-Signale jedoch nahezu identisch. Es muss daher davon ausgegangen werden, dass das freigesetzte Signal eines Matrixrisses bereits vor der Vorverstärkung zu laut ist, um sinnvoll abgebildet werden zu können. Der Vorverstärker kommt durch eine zu hohe Eingangsspannung in die Sättigung, wodurch das Ausgangssignal abgeschnitten und verzerrt vorliegt. Folglich unterscheiden sich die Signalmaxima kaum. Die Signalamplituden und auch die Frequenzen der SE-Signale müssen daher mit großer Vorsicht betrachtet werden.

#### 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

In den Choi-Williams-Darstellungen in Abbildung 4 - 25 ist zu erkennen, dass in den Zeit-Frequenz-Spektren der einzelnen Schädigungsarten des gleichen Mechanismus die gleichen ausgeprägten Charakteristika wiederzufinden sind, was für eine sehr gute Reproduzierbarkeit der Experimente an der MP spricht.



**Abbildung 4 - 25:** Choi-Williams-Darstellungen der SE-Signale der unterschiedlichen Schadensmechanismen an der MP (mit Aluminiumstift)

Die SE-Signale der Faserrisse haben ihre stärkste Intensität im Bereich um 600 kHz, was sehr gut mit bereits durchgeführten makroskopischen Messungen [13, 14] übereinstimmt. Der Faserauszug kann nicht mit einem Faser-Matrix-Debonding in einer

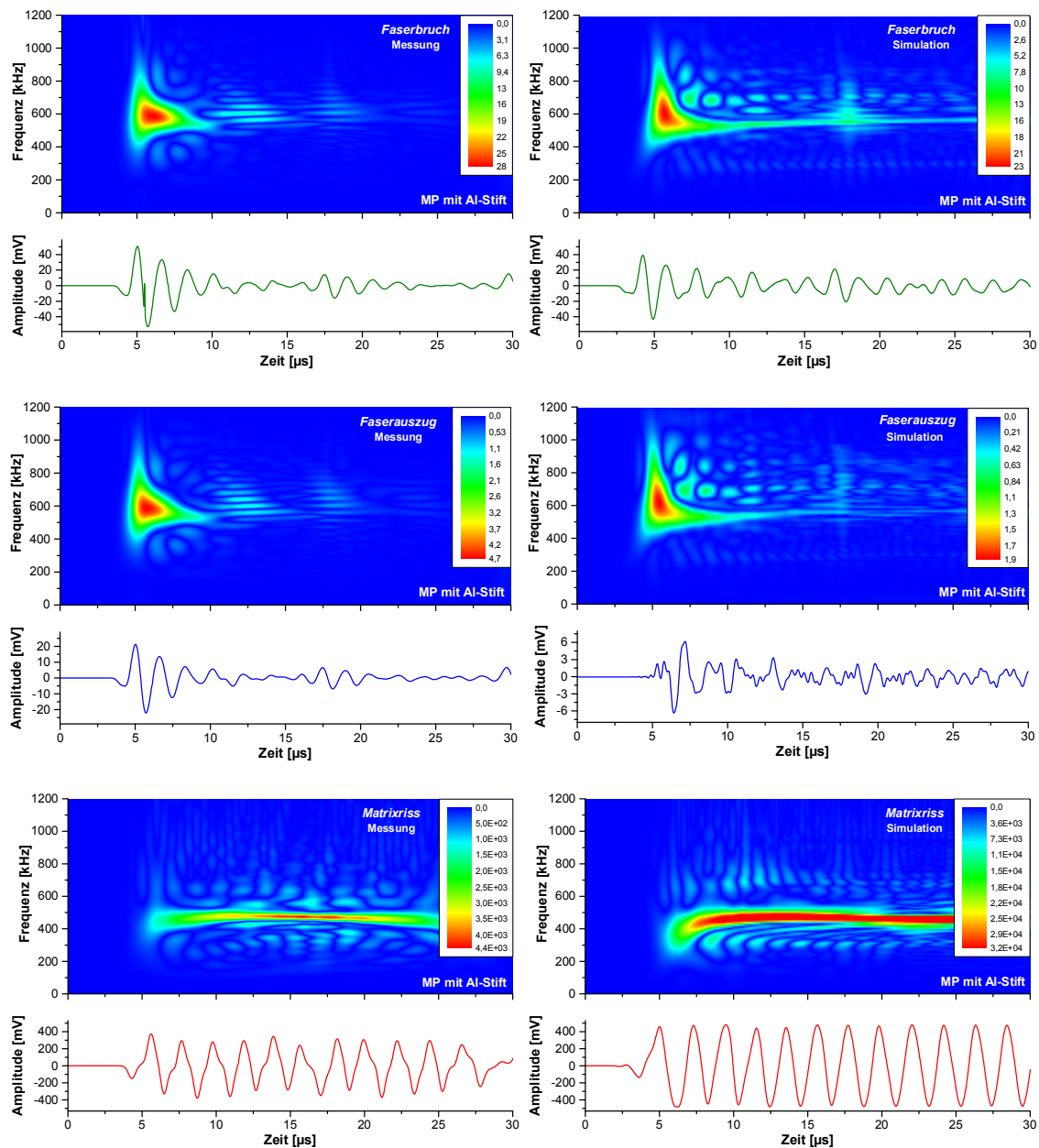
makroskopischen Probe verglichen werden, da das schwingende Bruchvolumen deutlich voneinander abweicht. Die Wellenanregung verläuft im Vergleich zu einem Faserriß nahezu identisch. Dies wird durch den Vergleich der Choi-Williams-Darstellungen aus Abbildung 4 - 25 verdeutlicht, da keine nennenswerten Unterschiede in der Frequenzverteilung sichtbar sind. Bei den Matrixrissen wäre unter den gleichen Randbedingungen eine Verschiebung zu deutlich niedrigeren Frequenzen zu erwarten. Die aufgezeichneten Signale weisen jedoch ein ausgeprägtes Maximum bei 500 kHz auf und zeigen kaum Intensitäten bei niedrigen Frequenzen.

#### **Vergleich Messungen/FEM-Simulationen**

Im Hinblick auf die Untersuchung der Schallwellenausbreitung wurden die Experimente an der MP durch eine FEM-Simulation abgebildet [135]. Wie bereits in Kapitel 2.4.1 erwähnt, wurden bereits in der Vergangenheit einige wertvolle Versuche hinsichtlich einer Modellierung von auftretenden SE-Quellen unternommen. In diesem Fall wurde ein neuer Ansatz zur Modellierung der akustischen Quellfunktion gewählt. Anstatt die Quellfunktion durch eine definierte Kraft-Zeit-Kurve und damit durch eine erreichbare Maximalkraft in einer bestimmten Anstiegszeit analytisch zu beschreiben, wird die Rissentstehung und -ausbreitung anhand eines kohäsiv-Zonenmodells umgesetzt [135]. Dabei werden ausschließlich experimentell zugängliche Parameter in Kombination mit den vorliegenden Mechanismen der Bruchmechanik verwendet. Es wird eine exakte Abbildung der zeitlichen und räumlichen Entwicklung der auftretenden Rissflächen berechnet. Auf diese Weise werden Details der auftretenden Rissdynamik in das Modell integriert und es wird keine analytische Quellfunktion benötigt.

Die Frequenzspektren der einzelnen Schadensmechanismen zeigen für die Faserbrüche und Matrixrisse eine bemerkenswerte Übereinstimmung der experimentellen und simulierten Signale (siehe Abbildung 4 - 26).

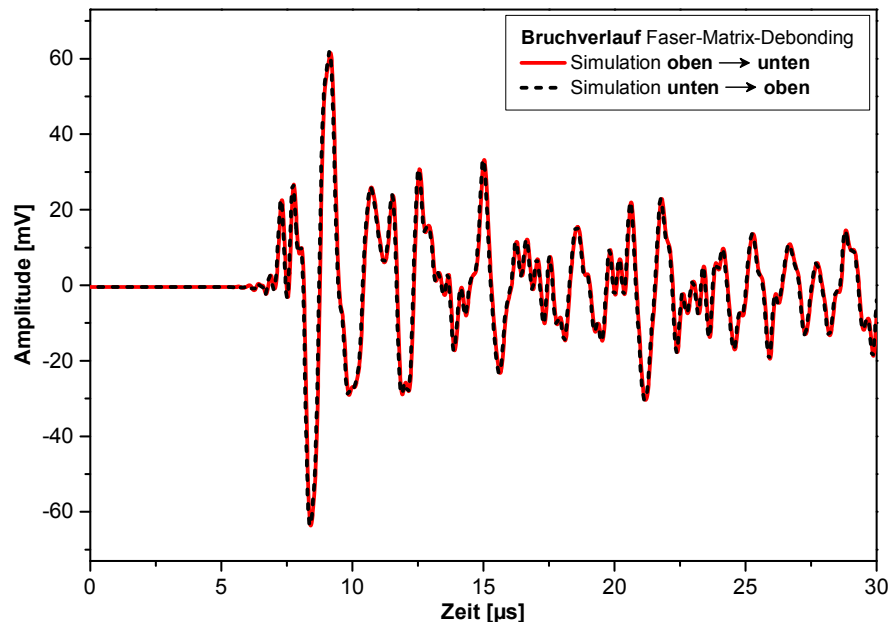
#### 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION



**Abbildung 4 - 26:** Vergleich der gemessenen und simulierten SE-Signale der unterschiedlichen Schadensmechanismen an der MP (mit 2mm-Aluminiumstift) anhand ihrer Choi-Williams-Darstellungen

Bei den Pull-Out-Versuchen ist der Frequenzgehalt der SE-Signale absolut vergleichbar, während im zeitlichen Verlauf sehr kleine Abweichungen zu erkennen sind. Dabei ist im simulierten Modell neben der zeitlichen Versagensabfolge (Faser-Matrix-Debondings mit einhergehendem Faserauszug) auch die Kenntnis des genauen Debonding-Verlaufs problematisch. Ein genauer Vergleich des gemessenen und simulierten Signals muss also kritisch hinterfragt werden. Die Position der Rissentstehung kann als Einflussgröße auf den akustischen Verlauf eines Faser-Matrix-Debondings ausgeschlossen werden. In Abbildung 4 - 27 werden hierfür modellierte SE-Signale

des Faserauszugs bei verschiedenen Bruchmoden des Faser-Matrix-Debondings gezeigt.



**Abbildung 4 - 27:** FEM-Simulation der SE-Signale eines Faserauszugs an der MP (mit 2mm-Aluminiumstift) bei unterschiedlichen Bruchverläufen des Faser-Matrix-Debondings

Es ist deutlich erkennbar, dass ein unterschiedlicher Verlauf des Risses auf das akustische Signal keinen Einfluss hat und dessen genaue Kenntnis für die Betrachtung eines Faser-Matrix-Debondings unerheblich ist. Die Modellierung hat zudem gezeigt, dass die sanduhrförmige Geometrie bei den Matrixrissen keine Filterwirkung im Frequenzband hat und es erlaubt, dass alle Frequenzgehalte in den Aluminiumblock propagieren. Vielmehr ist die Größe der Rissfläche der entscheidende Parameter, der die Wellenlänge des ausgesendeten akustischen Signals bestimmt.

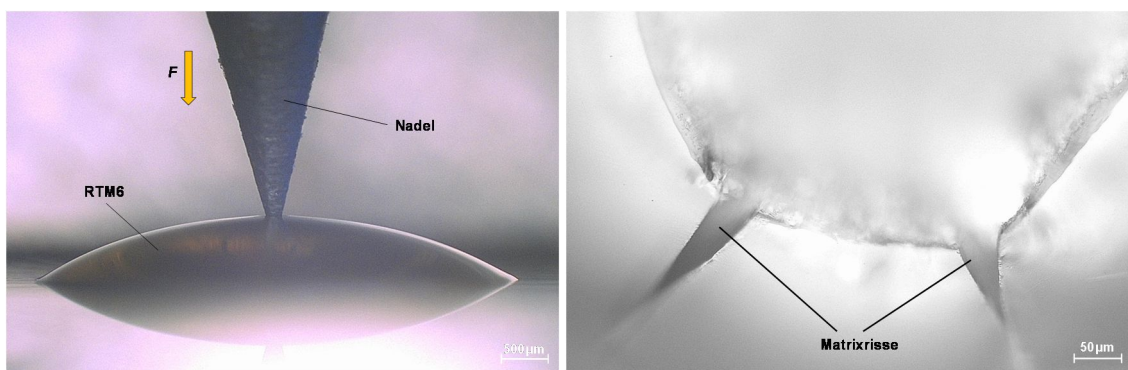
Wie bereits erwähnt (siehe Kapitel 3.1.1), sind bei der verwendeten Stiftgeometrie ( $d = 2\text{ mm}$ ) die Durchmesser der Matrixrisse auf  $800\text{ }\mu\text{m}$  als obere Grenze limitiert. Um den Durchmesser und damit die Bruchfläche zu erhöhen, wurde die Auflagefläche für den Matrixtropfen von  $2\text{ mm}$  auf  $5\text{ mm}$  erhöht. Eine Temperaturüberwachung an der MP hat gezeigt, dass sich der Aluminiumblock durch die Heizfolien sehr homogen aufheizt und sich die vorliegende Temperatur sehr schnell der Regeltemperatur angleicht. Eine Temperaturkontrolle des mit Heizfolien beklebten Blockes war daher auch durch ein Positionieren des Thermoelements am Rand des Blockes möglich, so dass der  $1\text{ mm}$  hohe Aluminiumstift aus Gründen der leichteren Handhabung durch eine plane Fräsung mit einer Tiefe von  $0,7\text{ mm}$  ersetzt wurde. Es konnten damit deutlich größere Durchmesser an der Verjüngung der Probenkörper realisiert werden. Anschließende Zugprüfungen haben jedoch gezeigt, dass die Bruchfestigkeiten der ausgehärteten



Knochenformen höher sind als die Anbindung des RTM6-Körpers zum PEEK-Zugstab. Matrixrisse mit großen und vor allem definierten Bruchflächen konnten damit anhand von Zugprüfungen nicht realisiert werden.

##### **Drucktests an der MP**

Ein Druckversuch sollte klären, ob eine Frequenzabhängigkeit der Matrixrisse in Bezug auf die vorliegende Bruchfläche vorliegt. Im linken Teil von Abbildung 4 - 28 ist zu sehen, wie eine Wolframnadel als Druckstempel in einen ausgehärteten Epoxidharztropfen eingeführt wird. Im rechten Teil von Abbildung 4 - 28 sind entstandene Matrixrisse an der Oberfläche des Tropfens nach der erfolgten Druckbelastung zu sehen.

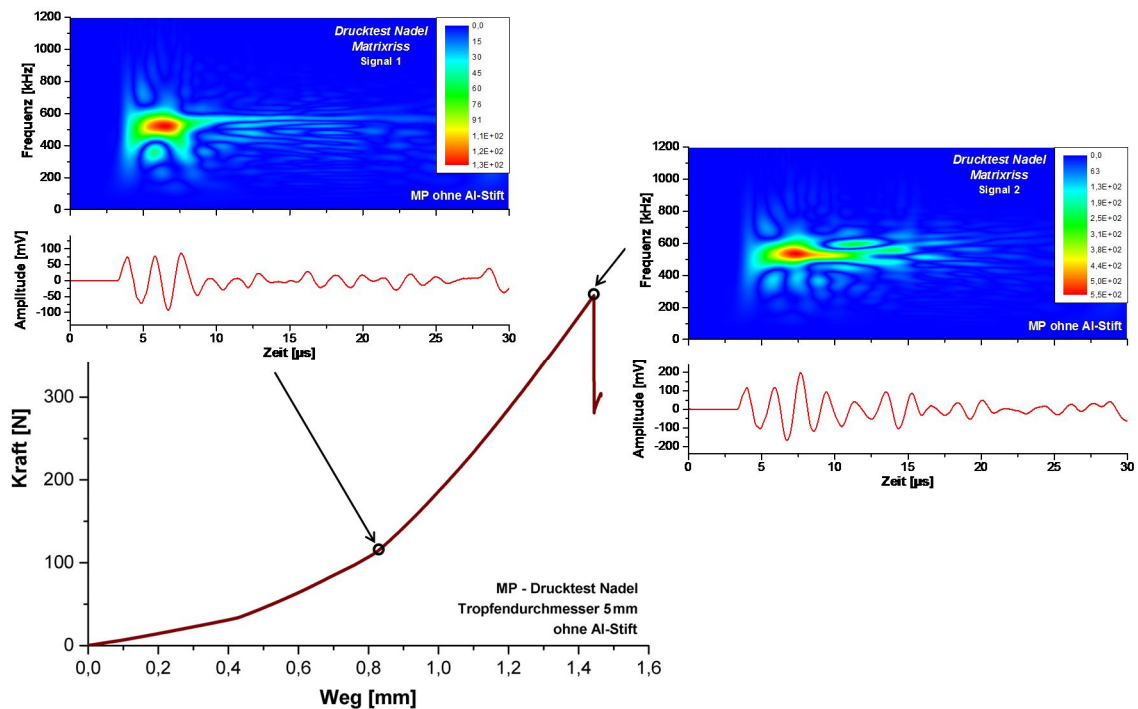


**Abbildung 4 - 28:** Lichtmikroskopieaufnahmen des Druckversuches mit Wolframnadel an der MP (links) und daraus resultierende Matrixrisse in der Tropfenoberfläche (rechts) (ohne Aluminiumstift)

Nach Erreichen einer Vorkraft von 50 mN wurde in der kompletten Versuchsreihe mit einer Traversengeschwindigkeit von 300 µm/min lagegeregelt auf Druck belastet. Die gesamten Messkurven des Druckversuches streuen insgesamt sehr wenig. Ein beispielhaftes Kraft-Weg-Diagramm ist Abbildung 4 - 29 zu entnehmen. Der Kraftanstieg wird mit zunehmender Dauer des Druckversuches immer steiler. Das lässt sich dadurch erklären, dass mit zunehmender Eindringtiefe der kreiskegelförmigen Wolframnadel die Druckfläche stetig zunimmt. Es entstehen während der gesamten Druckbelastung immer wieder vereinzelte SE-Ereignisse. Erreicht der Druck der Nadel eine gewisse Kraft, so wird die eingebrachte Energie schlagartig durch die Bildung eines oder mehrerer größerer Risse abgebaut.

Der Zeitpunkt des Kraftabfalls beschreibt einen charakteristischen Punkt der Messung, da hier das SE-Signal der größten generierten Bruchfläche angenommen und aufgezeichnet wird. In dem Kraft-Weg-Diagramm in Abbildung 4 - 29 sind zwei Punkte markiert, an denen die in-situ aufgezeichneten akustischen Signale dargestellt sind.

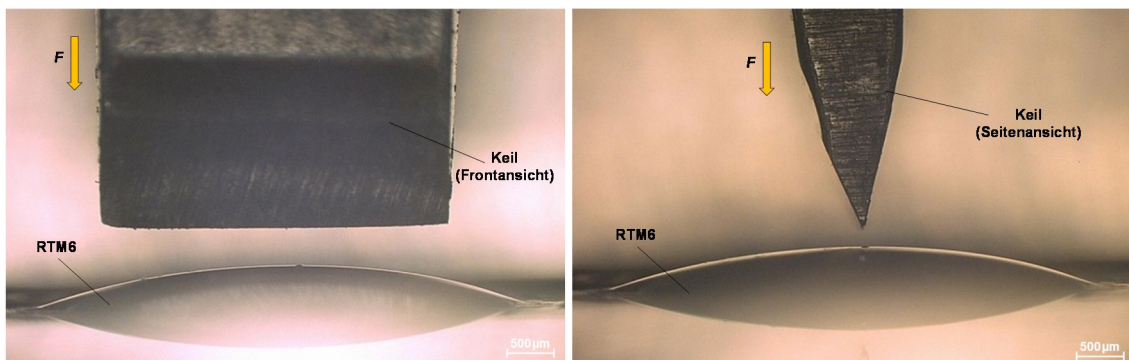




**Abbildung 4 - 29:** Kraft-Weg-Diagramm des Druckversuches mit einer Wolframnadel an der MP samt beispielhafter SE-Signale abgebildet nach Choi-Williams

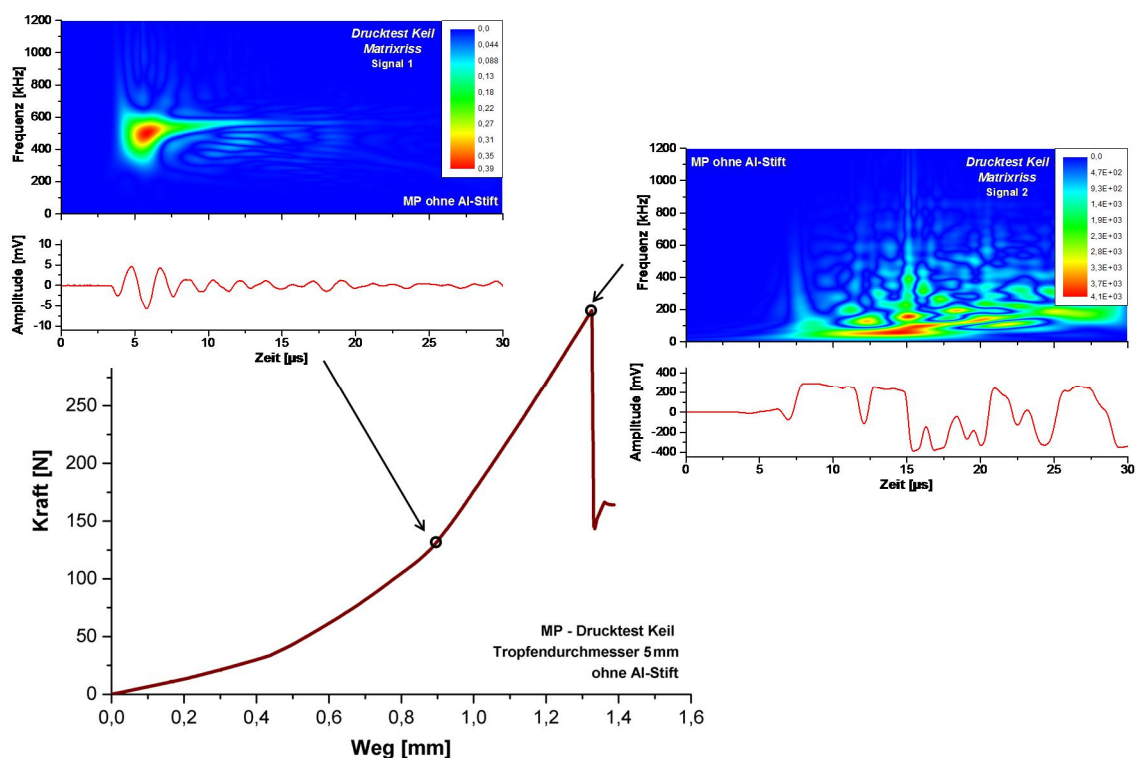
Die stärksten Intensitäten der SE-Signale liegen erneut bei hohen Frequenzen, in diesem Fall bei 550 kHz. Die zum Zeitpunkt des Kraftabfalls entstandenen Risse zeigen eine maximale Länge von ungefähr 2 mm bei einer Tiefe von maximal 0,3 mm. In Bezug auf die durch die Modellierung dargestellte Abhängigkeit des Frequenzgehaltes generierter Schallwellen von der Bruchfläche muss davon ausgegangen werden, dass die qualitativ erzeugten Rissflächen in der Matrix immer noch zu gering sind.

Daher wurde das gleiche Druckexperiment mit einem Stahlkeil durchgeführt, dessen Front- und Seitenansicht in einer Lichtmikroskopieaufnahme in der folgenden Abbildung 4 - 30 zu sehen sind.



**Abbildung 4 - 30:** Lichtmikroskopieaufnahmen des Druckversuches mit Stahlkeil an der MP in Front- (links) und Seitenansicht (rechts) (ohne Aluminiumstift)

Die Kraft-Weg-Diagramme zeigen einen zu dem Druckversuch mit der Wolframnadel sehr ähnlichen Verlauf (siehe Abbildung 4 - 31). Mit zunehmender Versuchsdauer dringt die „Schneide“ des Keils immer tiefer in den RTM6-Tropfen ein, so dass die Druckfläche erneut immer weiter ansteigt und sich die Steigung im Kraft-Weg-Diagramm erhöht. Die Länge der „Schneide“ ist annähernd so breit wie der RTM6-Tropfen, so dass in diesem Fall bei der erreichten Maximalkraft sehr große Schädigungen im Matrixsystem erzielt werden. In der kompletten Versuchsreihe hat sich die eingebrachte Energie in Form einer qualitativen Rissentstehung und -ausbreitung derart abgebaut, dass der Tropfen bei der maximalen Belastung in zwei Hälften geteilt wurde.

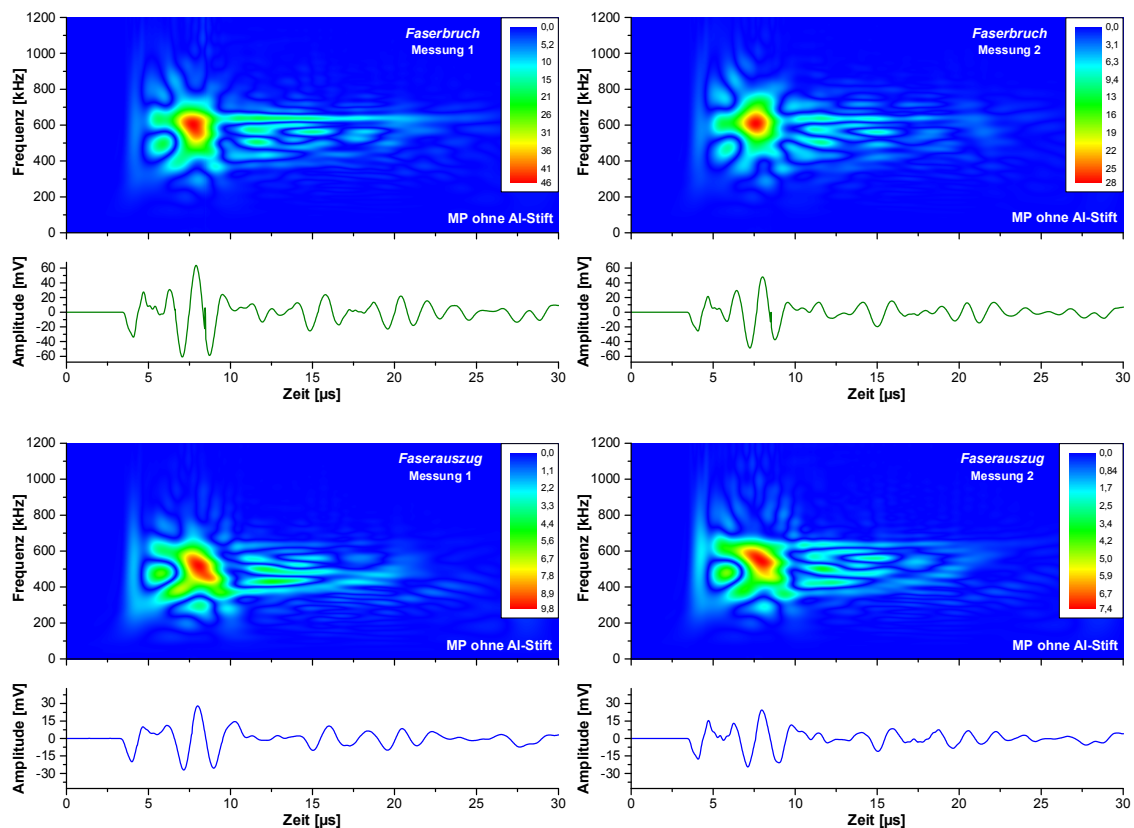


**Abbildung 4 - 31:** Kraft-Weg-Diagramm des Druckversuches mit einem Stahlkeil an der MP samt beispielhafter SE-Signale abgebildet nach Choi-Williams

Während das erste SE-Signal in Abbildung 4 - 31 nur hohe Frequenzen beinhaltet (ca. 500 kHz), dominiert im Fall des akustischen Signals bei der Maximalkraft ein niedriger Frequenzanteil unterhalb von 200 kHz. Das Ausmaß der Schädigung kann in diesen Versuchsreihen nicht quantitativ ermittelt werden. Es ist jedoch offensichtlich, dass die Frequenzzusammensetzung eines Matrixrisses tatsächlich in Abhängig von der generierten Bruchfläche variiert. Die Amplituden der bei der maximalen Druckbelastung freigesetzten SE-Signale erscheinen aufgrund der großflächigen Schädigung erneut völlig übersteuert.

### Faserbruch und -auszug bei veränderter Tropfengeometrie

Der mikroskopische Schadensmechanismus des Faserbruchs (Einbettlänge: 120  $\mu\text{m}$ ) und des Faserauszugs (Einbettlänge: 40 - 60  $\mu\text{m}$ ) wurde ebenfalls mit der veränderten Tropfengeometrie erzeugt und mit Hilfe der SE-Analyse untersucht. In Abbildung 4 - 32 sind die aufgezeichneten akustischen Signale nach Choi-Williams dargestellt.



**Abbildung 4 - 32:** Choi-Williams-Darstellungen der SE-Signale von Faserbruch und Faserauszug an der MP (ohne Aluminiumstift)

Erneut zeigen verschiedene Messungen des gleichen Schadensmechanismus sowohl im Zeit- als auch im Frequenzraum die identischen charakteristischen Merkmale. Faserbruch- und Faserauszugssignale erscheinen auch bei einem Matrixtropfen mit einem Durchmesser von 5 mm sehr ähnlich und enthalten ausschließlich hohe Frequenzen. Es zeigt sich eine Bande zwischen 400 kHz und 700 kHz.

Zusammenfassend lässt sich festhalten, dass in der MP verschiedene mikroskopische Schadensmechanismen erfolgreich und einzeln erzeugt werden konnten. Diese wurden durch die charakteristischen Merkmale der SE-Signale, die aufgrund der geometrischen Verhältnisse der MP als Volumenwellen detektiert werden können, im Zeit- und Frequenzraum sehr gut beschrieben. Die Anregung der akustischen Signale von Faserbruch und Faserauszug ist auf den gleichen Ursprung zurückzuführen, weshalb die

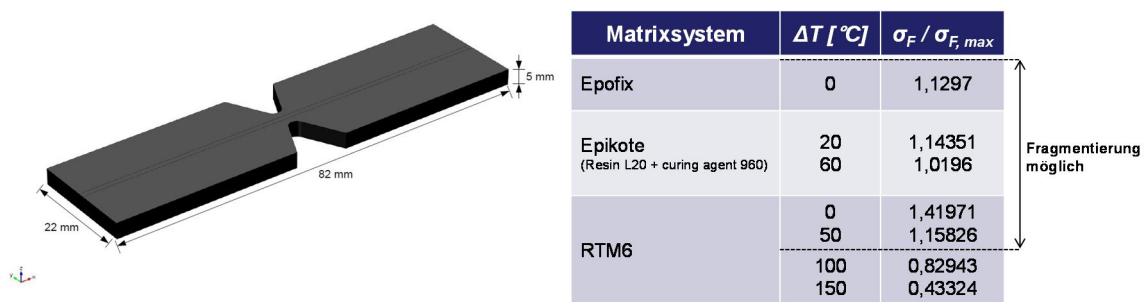
SE-Signale nahezu identisch sind. Die Choi-Williams Darstellungen beider Schädigungen zeigen eine maximale Intensität bei 500-600 kHz. Die akustischen Signale der erzeugten Matrixrisse sind davon deutlich zu unterscheiden. Die SE-Signale übersteuern bereits von der eigentlichen Vorverstärkung, wodurch sich die Wellenmaxima bei einer Frequenz von 500 kHz nahezu monofrequent wiederholen.

Verschiedene Zug- und Druckversuche reiner RTM6-Proben sowie entsprechende FEM-Simulationen zeigen, dass die Frequenzverteilung von der Größe der Rissfläche in der Matrix abhängig ist. Je größer die schwingende Rissfläche ist, desto weiter sind die maximalen Intensitäten des Signals zu niedrigeren Frequenzen verschoben.

### 4.1.2 Einzelfaserfragmentierung

Die Versuchsreihe der Einzelfaserfragmentierungstests zielte darauf ab, die beschriebenen Schadensmechanismen in einem einzigen Experiment zu realisieren und ihre SE-Signale direkt miteinander vergleichen zu können. Die Analyse der akustischen Signale ist auch deshalb sehr interessant, da es bei diesem mikromechanischen Test vergleichbar zur Prüfung makroskopischer Probenkörper zur Ausbildung und Aufzeichnung von Lamb-Wellen kommt, während bei der MP ausschließlich Volumenwellen erzeugt und behandelt worden sind.

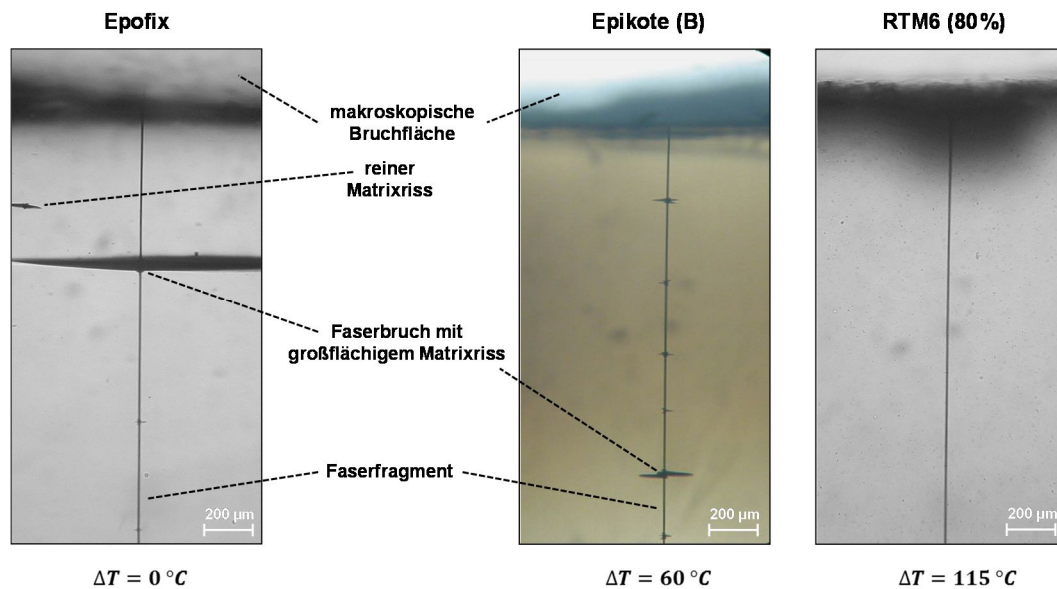
Wie bereits in Kapitel 3.2.3 beschrieben, ist die Größe der sich in den Proben ausbildenden Druckspannungen aufgrund des Temperaturgradienten von der Aushärte- zur Raumtemperatur in Kombination mit dem negativen Wärmeausdehnungskoeffizienten der C-Faser ein essentielles Kriterium für eine erfolgreiche Faserfragmentierung. Um eine mögliche Einzelfaserfragmentierung in dem jeweils angewendeten Matrixsystem zu prognostizieren, wurde auch diese mikromechanische Prüfmethode durch eine FEM-Simulation modelliert [56]. Anhand der ermittelten mechanischen Kennwerte konnte das Verhältnis aus den Spannungen in der C-Faser ( $\sigma_F$ ) und ihrer abgebildeten Versagensspannung ( $\sigma_{F,max}$ ) unmittelbar vor den finalen Bruch der makroskopischen Probe berechnet werden. Dadurch kann angegeben werden, ob die sich in der C-Faser aufbauenden Zugspannungen für einen oder mehrere Faserbrüche ausreichend sind. Die Vorhersage der FEM-Simulation ist in Abbildung 4 - 33 für verschiedenen Harzsysteme und Temperaturgradienten (bezogen auf die Raumtemperatur) aufgelistet. Werden in den einzelnen Aushärtezyklen mehrere Temperaturplateaus angefahren, so geht nur die Temperaturstufe in die Modellierung ein, bei der die Vernetzung bereits begonnen hat.



**Abbildung 4 - 33:** Geometrie der Einzelfaserfragmentierungsproben (links) und Prognose für eine mögliche Einzelfaserfragmentierung anhand der FEM-Modellierung des Fragmentierungstests für verschiedene Harzsysteme und Aushärtetemperaturen (rechts)

Erste Vernetzungsreaktionen fixieren die C-Faser ausreichend in ihrer Position und Länge. Die entstandenen Druckspannungen vergrößern sich durch eine erneute Temperaturerhöhung nicht weiter, da sich die Probe am Ende bei Raumtemperatur befindet. Die Ergebnisse zeigen, dass sich das jeweilige Harzsystem, vor allem aber der im Aushärteprozess erreichte Temperaturgradient, auf eine mögliche Einzelfaserfragmentierung auswirken. Bei den Versuchsreihen mit den Harzsystemen Epofix und Epikote ist gemäß der FEM-Berechnung eine erfolgreiche Faserfragmentierung zu erwarten. Das Epoxidharz RTM6 stellt zusammen mit den verwendeten HTA-Fasern keine erfolgsversprechende Kombination für diese mikromechanische Prüfung dar, da bereits bei weniger als 120 °C Aushärtetemperatur die eingefrorenen Druckspannungen eine Größenordnung erreichen, die eine Faserfragmentierung vor dem makroskopischen Versagen der verjüngten Einzelfaser-Modellverbunde verhindern. Geringere Aushärtetemperaturen sind gemäß den Berechnungen zielführend, jedoch kommt es dabei zu keiner ausreichenden Vernetzungsreaktion. Proben mit einem Härtegrad von weniger als 60 % verhalten sich außerdem derart spröde, dass eine mechanische Verarbeitung oder ein Befestigen der Proben in den Klemmbacken nicht uneingeschränkt möglich ist. Die Vorhersagen der FEM-Simulation werden für alle angegebenen Matrixsysteme durch Lichtmikroskopieaufnahmen des Faserverlaufs im verjüngten Probenbereich sowie durch eine erweiterte Analyse der akustischen Signale überprüft.

Zunächst wurden die Einzelfaserfragmentierungsproben nach der erfolgten Zugbeanspruchung im Bereich der makroskopischen Bruchstelle mit Hilfe eines Lichtmikroskops untersucht. Die Aufnahmen aus Abbildung 4 - 34 zeigen einen repräsentativen Ausschnitt einer Epofix-, einer Epikote- (B) und einer RTM6-Probe (Härtegrad 80 %).



**Abbildung 4 - 34:** Lichtmikroskopieaufnahmen des Faserverlaufs im verjüngten Probenbereich nahe der makroskopischen Bruchstelle der verschiedenen Matrixsysteme nach dem Einzelfaserfragmentierungstest

Die Ergebnisse stützen die Prognose der FEM-Modellierung. Bei den Harzsystemen Epofix und Epikote zeigen sich deutliche Faserbrüche, die die HTA-Faser in viele Fragmente einer ähnlichen Größenordnung unterteilt. An den Stellen der Faserbrüche sind zusätzliche Matrixrisse zu sehen, die sich weg von der C-Faser bis in den reinen Matrixbereich ausbreiten. Es treten auch immer wieder reine Matrixrisse abseits des Faserverlaufs auf. An verschiedenen Stellen lässt sich ein Faser-Matrix-Debonding vermuten, jedoch stößt die visuelle Darstellung an klare Grenzen. Bei einer Zugbelastung in axialer Richtung ist das Faser-Matrix-Debonding jedoch vor den Faserbrüchen zu erwarten.

Die Abbildung des Ausschnitts der RTM6-Probe steht ebenfalls im Einklang mit dem theoretisch erwarteten Prüfverlauf. Die eingebettete HTA-Faser erscheint auch nach der Zugbelastung und dem makroskopischen Versagen der Probe völlig intakt, so dass bei den RTM6-Proben eine erfolgreiche Faserfragmentierung definitiv ausgeschlossen werden kann.

Bei der Verwendung von Epofix und Epikote als Matrixsystem treten sehr viele SE-Ereignisse erst gegen Ende der Zugbelastung auf, so dass ein erreichter Sättigungszustand und damit eine feste Fragmentlängenverteilung stark bezweifelt werden kann. Eine Berechnung der interlaminaren Scherfestigkeit ist deshalb und aufgrund der bereits in Kapitel 2.3 dargelegten Argumente wenig zielführend und in [56] dargestellt. Hauptaugenmerk liegt daher auf der Analyse der SE-Ereignisse, wobei für eine aussagekräftige Klassifizierung die Signale einer kompletten Versuchsreihe zusammengeführt wurden. Von den gemessenen SE-Signalen wurde nur der lokalisierte Teil aus-



gewertet. Um die SE-Quellen zu lokalisieren, wurde aus dem Verhältnis von dem Abstand des Sensorpaares auf dem Probenkörper und der Signallaufzeit (AST-Test aus Kapitel 3.2.2) die Schallgeschwindigkeit innerhalb jeder einzelnen Probe ermittelt. Bei der Versuchsanordnung kann durch die auftretende Reibung im Bereich der Klemmbanken während der Zugprüfung zusätzliche Schallemission entstehen, die nicht durch das eigentliche Materialversagen erzeugt und deshalb durch die erfolgte Lokalisierung von der weiteren Analyse ausgeschlossen wurde.

Die aufgetretenen mikroskopischen Schadensmechanismen sollten für die jeweiligen Versuchsreihen mit Hilfe der SE-Analyse quantifiziert werden. Die Auswahl der für die Klassifizierung verwendeten Merkmale ist Tabelle 4 - 6 zu entnehmen.

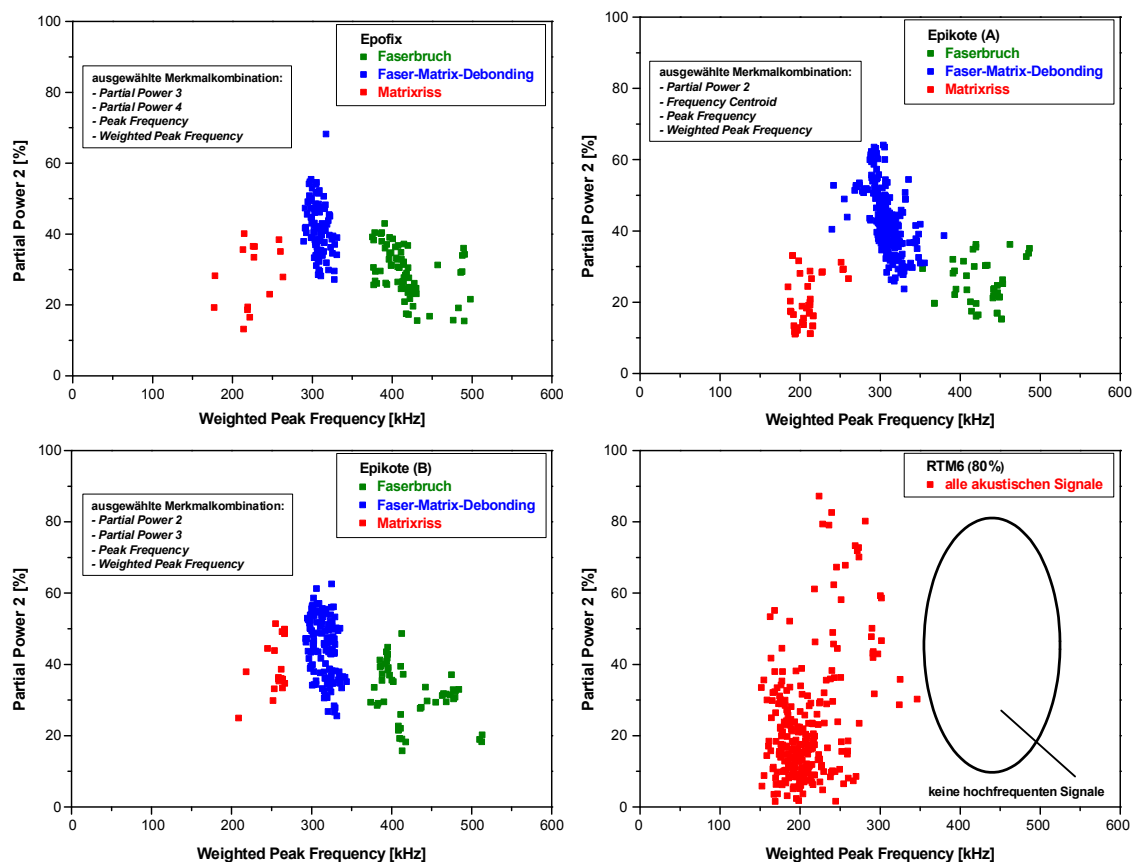
Merkmal	Abkürzung	Bemerkung
<i>Peak Frequency [Hz]</i>	<i>PF</i>	
<i>Frequency Centroid [Hz]</i>	<i>FC</i>	
<i>Weighted Peak Frequency [Hz]</i>	<i>WPF</i>	$WPF = \sqrt{PF \cdot FC}$
<i>Partial Power 1 [%]</i>	<i>PP1</i>	Frequenzbereich 0 – 150 kHz
<i>Partial Power 2 [%]</i>	<i>PP2</i>	Frequenzbereich 150 – 300 kHz
<i>Partial Power 3 [%]</i>	<i>PP3</i>	Frequenzbereich 300 – 450 kHz
<i>Partial Power 4 [%]</i>	<i>PP4</i>	Frequenzbereich 450 – 1200 kHz

**Tabelle 4 - 6:** Übersicht der verwendeten Merkmale zur Klassifizierung der SE-Signale der Einzelfaserfragmentierungsproben (Definition siehe auch Tabelle 2 - 1 aus Kapitel 2.4.6)

Die aufgelisteten Merkmale haben sich in früheren Arbeiten als am besten geeignet erwiesen, charakteristische Gemeinsamkeiten in den akustischen Signalen einer bestimmten Schädigungsart wiederzufinden. Alle Merkmale haben gemeinsam, dass sie sich auf den Frequenzgehalt der emittierten Schallwellen beschränken.

Abbildung 4 - 35 zeigt die Klassenstruktur der geeignetsten Merkmalskombination nach der Anwendung des in Kapitel 2.4.6 vorgestellten Mustererkennungsalgorithmus. Gezeigt ist ein Diagramm, in dem die *Partial Power 2* über der *Weighted Peak Frequency* aufgetragen ist. Bei den Aushärtezyklen der Systeme Epofix und Epikote ist eine erfolgreiche Klassifizierung in drei Gruppen erkennbar, die der erwarteten Struktur für CFK-Zugproben entspricht [6]. Die Signale häufen sich in bestimmten Frequenzbereichen und können einem bestimmten Schadensmechanismus zugeordnet werden. Hochfrequente Signale werden durch Faserbrüche und niederfrequente Signale durch Matrixrisse generiert. Die Signalgruppe in dem dazwischenliegenden Frequenzbereich ist auf das Faser-Matrix-Debonding zurückzuführen.

Die Gruppen der Klassifizierung heben sich sehr gut voneinander ab, wobei innerhalb einer Gruppe eine gewisse Streuung zu erkennen ist. Die verwendeten WD-Sensoren unterscheiden sich generell in ihrer Übertragungsfunktion, so dass die einzelnen Bereiche des Frequenzspektrums bei verschiedenen Sensoren unterschiedlich gewichtet werden. Letztlich konnte innerhalb einer Versuchsreihe nicht immer das gleiche Sensorpaar verwendet werden, so dass akustische Signale des gleichen Schadensmechanismus allein deswegen eine kleine Verschiebung im Frequenzspektrum erfahren können.



**Abbildung 4 - 35:** Ergebnis des Mustererkennungsverfahrens für die verschiedenen Versuchsreihen der Einzelfaserfragmentierung des jeweiligen Harzsystems dargestellt in einem Diagramm von *Partial Power 2* über *Weighted Peak Frequency*

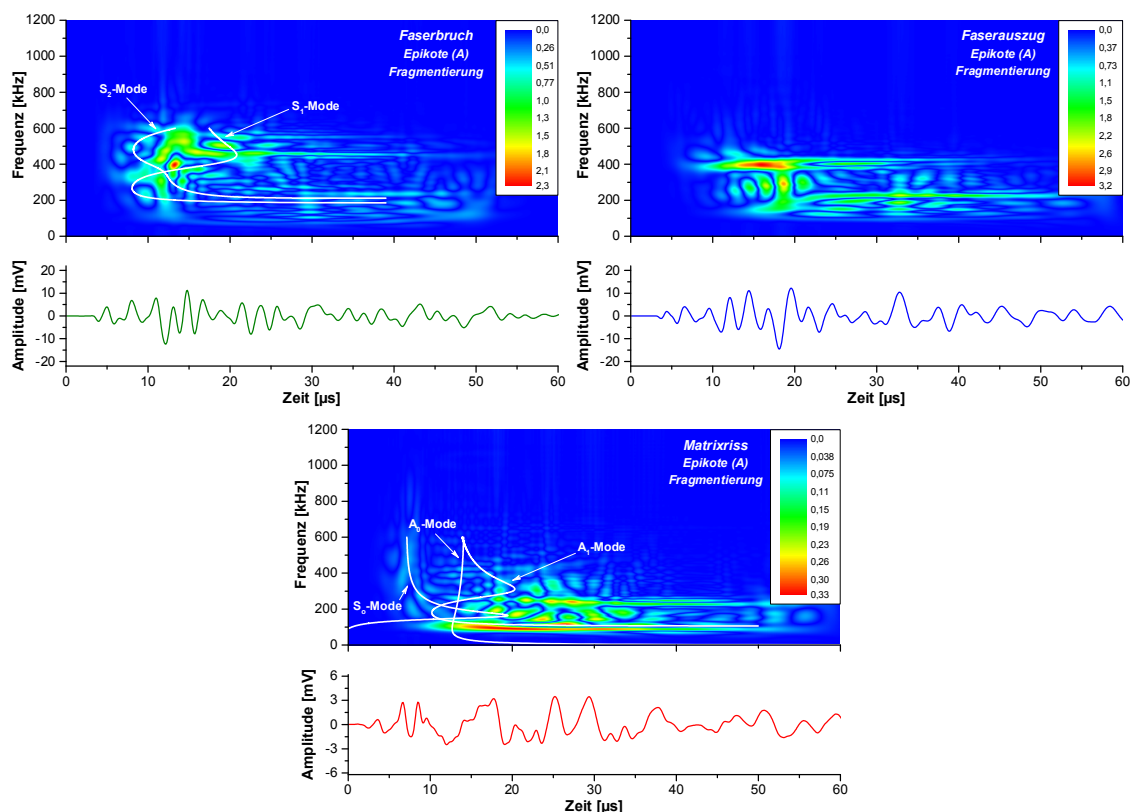
Im Falle der Einzelfaserfragmentierungstests mit RTM6 als Matrixmaterial liegen alle Signale im unteren Frequenzband sehr eng zusammen. Es handelt sich um Matrixrisse oder auch vereinzelte Interface-Ablösungen, Faserbrüche im Bereich hoher Frequenzen sind nicht zu erkennen.

Für alle drei Signalgruppen wurden verschiedene Choi-Williams-Darstellungen berechnet. Ein repräsentatives Beispiel einer Epikote (A)-Probe ist in Abbildung 4 - 36 dargestellt. Im Gegensatz zu der MP ist die Ausbreitung der akustischen Signale bei den



Einzelfaserfragmentierungsproben in Richtung der Probendicke begrenzt. Folglich kommt es anstatt der Volumenwellen zur Ausbildung von Lamb-Wellen symmetrischer und antisymmetrischer Ordnung.

Die SE-Signale der Faserbrüche (grün) zeigen im Bereich der ersten 30  $\mu\text{s}$  starke Beiträge bei Frequenzen über 400 kHz, was in direkter Korrelation zu einer ausgeprägten  $S_1$ -Mode und  $S_2$ -Mode der zugehörigen Lambwellen-Dispersionskurven (siehe Abbildung 2 - 20) steht. Die Signale des Faser-Matrix-Debonding erfahren eine auffallende Verschiebung zu niedrigeren Frequenzen um den Bereich von 300 kHz (blau). Eine stark auftretende  $A_0$ -Mode und  $A_1$ -Mode bewirken bei den Matrixrissen (rot) starke Beiträge im niederfrequenten Bereich von 150 kHz-250 kHz. Lamb-Wellen haben einen dispersiven Charakter, so dass das Auftreten eines akustischen Signals im Frequenzraum von dem zurückgelegten Weg einer angeregten Schallwelle abhängt. Im Fall der Einzelfaserfragmentierungsproben zeichnen beide Sensoren ein auftretendes akustisches Signal auf. Folglich basieren die Unterschiede der verschiedenen Klassifizierungsgruppen im Frequenzspektrum nicht auf unterschiedlichen Wegstrecken der aufgezeichneten akustischen Wellen, sondern sind vielmehr dem deutlichen Unterschied der einzelnen mikroskopischen Schadensmechanismen geschuldet.



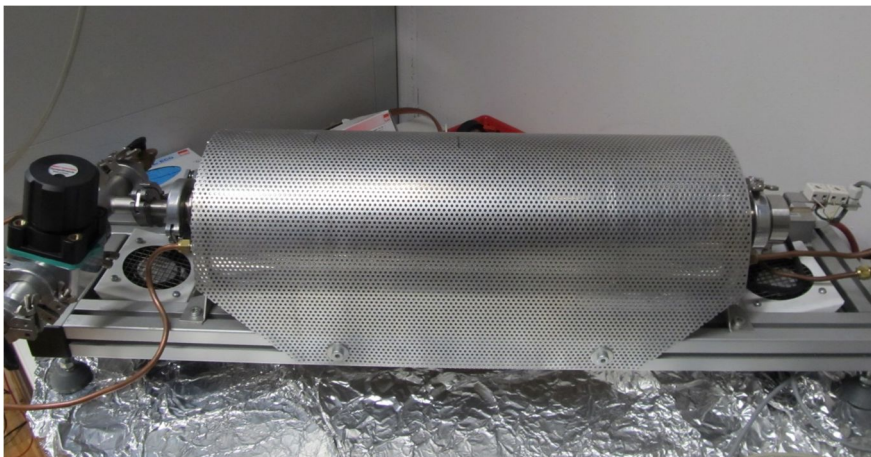
**Abbildung 4 - 36:** Choi-Williams-Darstellungen der SE-Signale der unterschiedlichen Schadensmechanismen von Einzelfaserfragmentierungstests mit einer Epikote (A)-Matrix

## 4.2 Variation der Faser-Matrix-Anbindung mittels Entschlichtung

In Kapitel 2.1.3 wurde erläutert, dass die zwischen Faser und Matrix vorliegende Interphase die mechanischen Eigenschaften des Faserverbundwerkstoffes festlegt und daher genauer analysiert werden sollte. In dieser Arbeit werden zwei Möglichkeiten angewendet, die Faser-Matrix-Anbindung zu variieren und die Auswirkungen auf die mechanischen Parameter und die SE-Signale zu untersuchen.

Ein einfacher Weg, die Haftung der Matrix an der C-Faser zu schwächen, ist es, die Schlichte auf den verwendeten HTA-Fasern zu entfernen. Wie bereits in Kapitel 2.1.3 erklärt, begünstigt die aus einem Epoxidharz bestehende Schlichte die Vernetzungsreaktion zu einem weiteren Duroplasten. Wird hingegen eine unbeschlichtete oder auch entschlichtete Faseroberfläche mit einem Epoxidharz benetzt, so entsteht eine vergleichsweise schwache Faser-Matrix-Anbindung.

In dieser Arbeit wurde ausschließlich eine HTA-Faser verwendet, die bereits beschlichtet vorlag. Für den Entschlichtungsprozess gibt es mehrere Möglichkeiten. Auf der einen Seite kann die Schlichte durch ein Lösungsmittel von der Faseroberfläche gelöst werden. Hierzu wurden die C-Fasern in der Extraktionskammer einer Soxhlet-Apparatur positioniert und 8 h mit dem Lösungsmittel Methylethylketon (MEK) umspült. Anschließend wurden die C-Fasern in einem Ofen bei einer Temperatur von 100 °C 3 h getrocknet. Auf der anderen Seite wurde ein thermischer Entschlichtungsvorgang verfolgt. Die HTA-Fasern wurden in einem entsprechend konzipierten Röhrenofen (siehe Abbildung 4 - 37) mit Hilfe eines Keramikbootes mittig positioniert.



**Abbildung 4 - 37:** Röhrenofen zur thermischen Entschlichtung der verwendeten HTA-Fasern

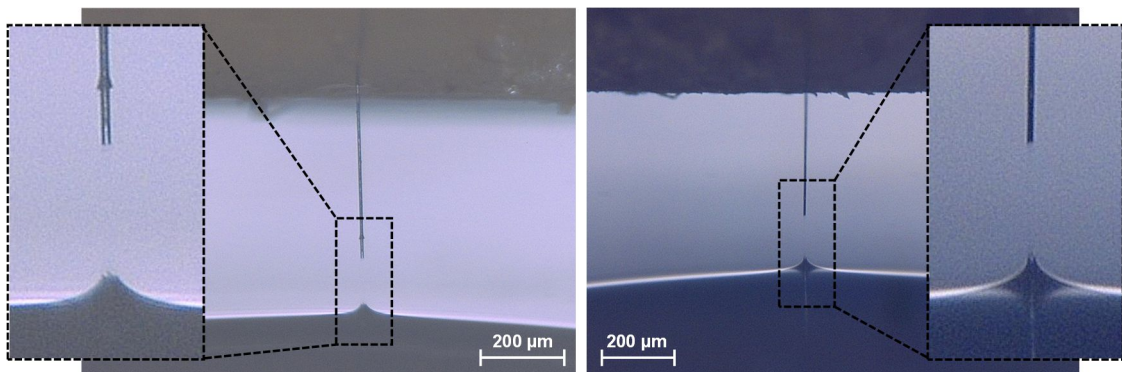
Die Ofentemperatur wurde mit einer Rampe von 5 °C/min auf 1200 °C erhöht und für 10 h konstant gehalten. Während dem Heizprozess wurde der Röhrenofen konstant mit

Stickstoff gespült, um unkontrollierte oxidative Reaktionsprozesse durch eine inerte Atmosphäre zu verhindern.

Sowohl der chemische als auch der thermische Entschlichtungsvorgang sind erfolgreich, wie schon die Ergebnisse der Röntgenphotoelektronenspektroskopie in der Masterarbeit von Herrn Matthias Bauer an den in dieser Arbeit verwendeten HTA-Fasern zeigen [136]. Auf den Probenoberflächen der C-Fasern wird in beiden Fällen nach der Entschlichtung weniger Sauerstoff gefunden. Der Sauerstoffanteil nimmt durch die thermische Entschlichtung sehr viel deutlicher ab als durch die chemische Entschlichtung. Der Graphitanteil (C-C-Bindung) auf der Faseroberfläche verhält sich entgegengesetzt. Der Vorgang der Entschlichtung legt den graphithaltigen Kohlenstoff frei und ist bei dem thermischen Prozess wesentlich ausgeprägter wie bei dem chemischen Prozess. [136]

In Kapitel 4.1.2 hat sich gezeigt, dass sich in der verwendeten HTA-Faser beim Durchlaufen eines RTM6-Aushärtezyklus sehr hohe innere Druckspannungen aufbauen und eine erfolgreiche Faserfragmentierung vor dem makroskopischen Versagen der Proben ausbleibt. Die Veränderungen der Faser-Matrix-Anbindung aufgrund einer unterschiedlichen Oberflächenbeschaffenheit der HTA-Fasern können daher am besten anhand von Auszugsversuchen an der MP untersucht werden.

In Abbildung 4 - 38 sind Lichtmikroskopieaufnahmen nach dem erfolgten Faserauszug einer beschlichteten und einer thermisch entschlichteten HTA-Faser an der MP dargestellt.

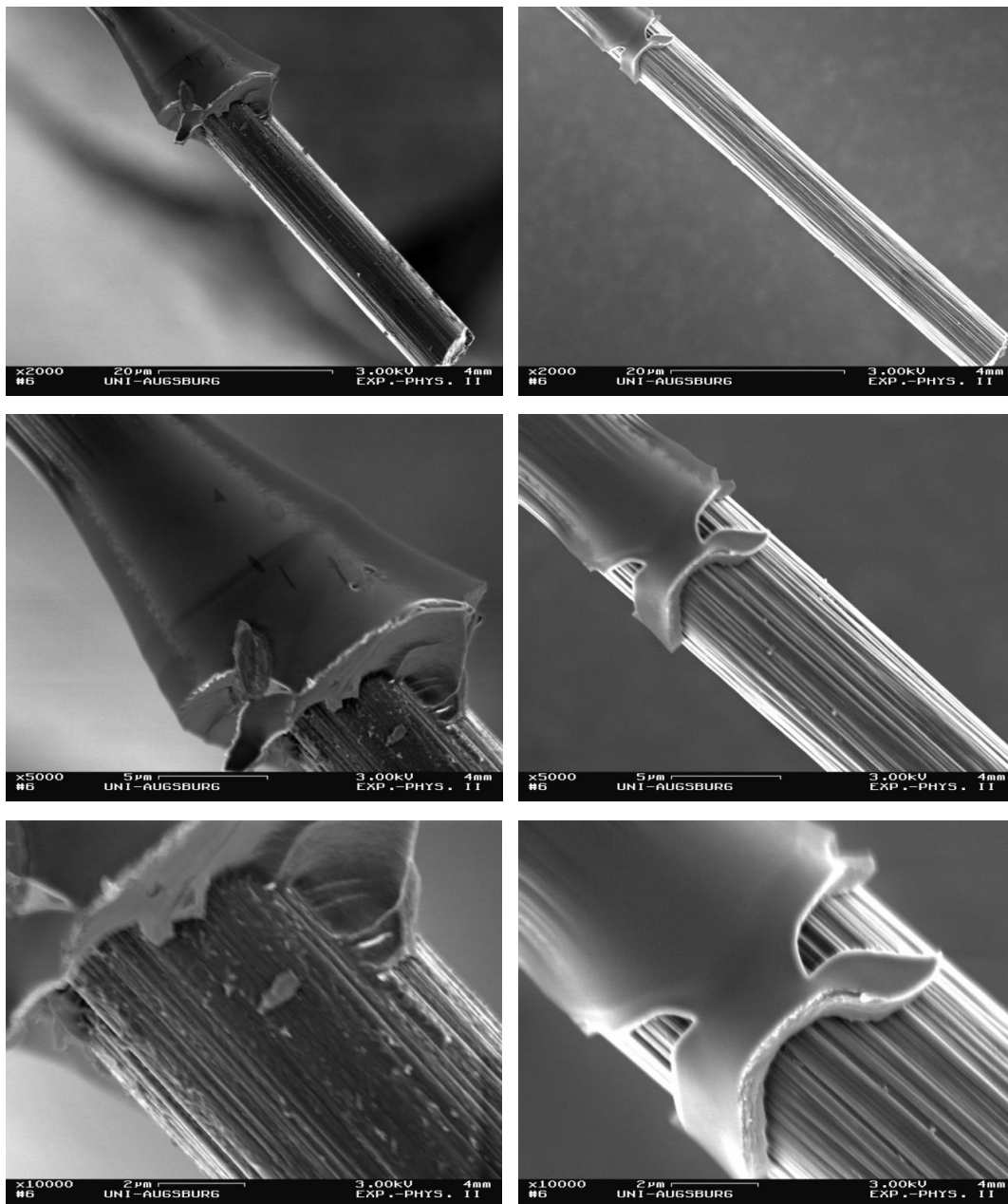


**Abbildung 4 - 38:** Lichtmikroskopieaufnahmen erzeugter Faserauszüge an der MP unter Verwendung einer beschlichteten (links) und einer thermisch entschlichteten (rechts) HTA-Faser

Das kleine Fenster mit der großen optischen Vergrößerung des Mikroskops zeigt, dass die ausgezogenen C-Fasern unterschiedlich aussehen. Bei der beschlichteten C-Faser kann von einer hohen Faser-Matrix-Anbindung ausgegangen werden. Der Riss breitet sich nach seiner Entstehung entlang der Grenzfläche aus. Erreicht der Riss den Meniskus des Matrixtropfens, so bevorzugt er den Weg durch die reine Matrix. Die Faser-Matrix-Anbindung ist in diesem Stadium der Messung größer als die chemische Vernetzung innerhalb des RTM6, so dass auf der Oberfläche der ausgezogenen C-Faser

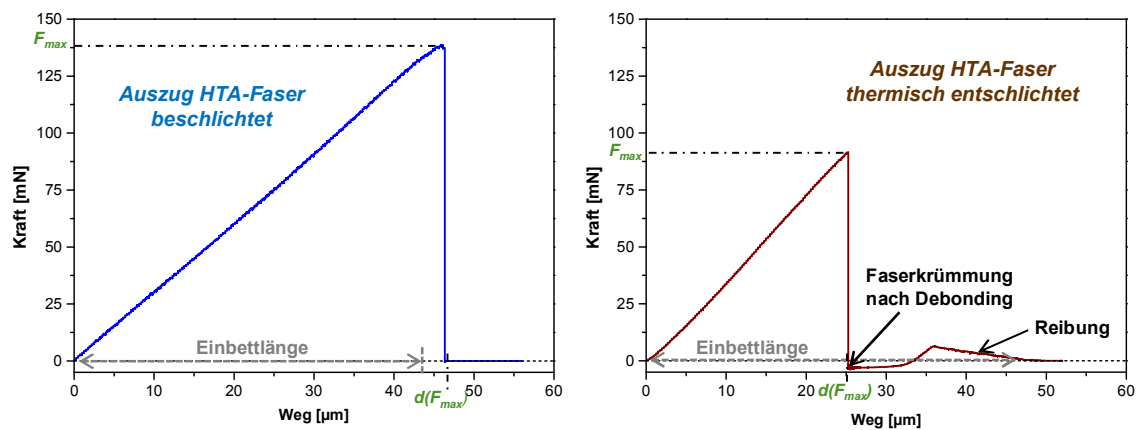
ein Rest des Epoxidharzes verbleibt. Liegt eine durch den Entschlichtungsprozess vergleichsweise schwache Interphase vor (vor allem bei der thermischen Behandlung), so versagt die Faser-Matrix-Anbindung durchgehend an der direkten Grenzfläche. Die Aufnahme im rechten Teil von Abbildung 4 - 38 zeigt, dass in diesem Fall fast kein Matrixrest nach dem Auszugsexperiment auf der C-Faser vorhanden ist.

Da die Aufnahmen des Lichtmikroskops nur sehr undeutlich sind, werden die ausgezogenen C-Fasern mechanisch vom PEEK-Zugstab gelöst und im REM analysiert (siehe Abbildung 4 - 39).



**Abbildung 4 - 39:** REM-Bilder einer beschichteten (links) und thermisch entschlichteten (rechts) HTA-Faser nach dem erfolgten Einzelfaserauszug an der MP

Die REM-Bilder zeigen, dass auch bei der thermisch entschlichteten C-Faser Teile des Harzmeniskus im geringen Maße auf der Faser verblieben sind. Der Anteil ist aufgrund der schwachen Faser-Matrix-Anbindung und der differenzierten Rissausbreitung deutlich kleiner als bei der beschlichteten HTA-Faser. Die thermische Entschlichtung führt während des Aushärtezyklus des RTM6 zu einer vergleichsweise schwachen Interphase. Die Faser löst sich bei dem Auszugsexperiment schön von der Matrix und es ist sehr gut die Faserstruktur der erfolgreichen Entschlichtung erkennbar (Abbildung 4 - 39, rechts unten). Hat sich wie im Fall der beschlichteten Faser eine starke Interphase ausgebildet, so lassen sich im gesamten Bereich der ausgezogenen Faser vereinzelt RTM6-Reste finden, die zu der Epoxidharzschichte stark gebunden sind. Die optisch ausgearbeiteten Unterschiede lassen sich anhand von den in Abbildung 4 - 40 dargestellten Kraft-Weg-Diagramme bestätigen.



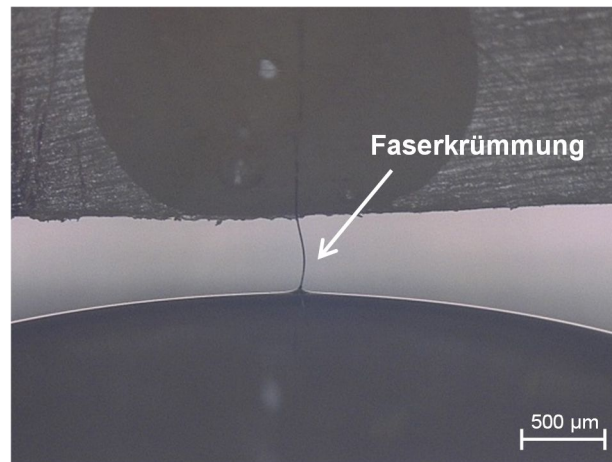
**Abbildung 4 - 40:** Kraft-Weg-Kurven des Faserauszugs an der MP für eine beschlichtete (links) und thermisch entschlichtete HTA-Faser (rechts)

Die Einbettlängen nach dem Aushärteprozess sind nahezu identisch und in den Diagrammen gekennzeichnet. Es lässt sich feststellen, dass die Maximalkraft beim vollständigen Ablösen der Faser von der Matrix durch die thermische Entschlichtung deutlich abnimmt. Die Vernetzung ist bei der Matrixanbindung zu einer beschlichteten Faser sehr viel ausgeprägter, so dass die Faser-Matrix-Anbindung erst bei hohen Kräften versagt und die Faser ausgezogen wird. Obwohl beide C-Fasern eine vergleichbare Einbettlänge hatten, wurde die thermisch entschlichtete HTA-Faser bei einer ungefähr 50 mN geringeren Kraft aus der Matrix gezogen. Die Güte der aufgetragenen Schichte hat auf die Vernetzung und die Stärke der sich ausbildenden Interphase große Auswirkungen.

Wird für die Einzelfaserauszugsversuche eine beschlichtete HTA-Faser verwendet, so hat die Traverse der Prüfmaschine bereits vor dem Versagen bei der Kraft  $F_{max}$  einen Weg  $d(F_{max})$  zurückgelegt, der größer als die Einbettlänge ist. Daher ist die C-Faser nach dem Ablösen von der Matrix komplett außerhalb des RTM6-Tropfens positioniert. Die Kraft fällt auf null ab und es kann kein Auszug unter Reibung beobachtet werden.



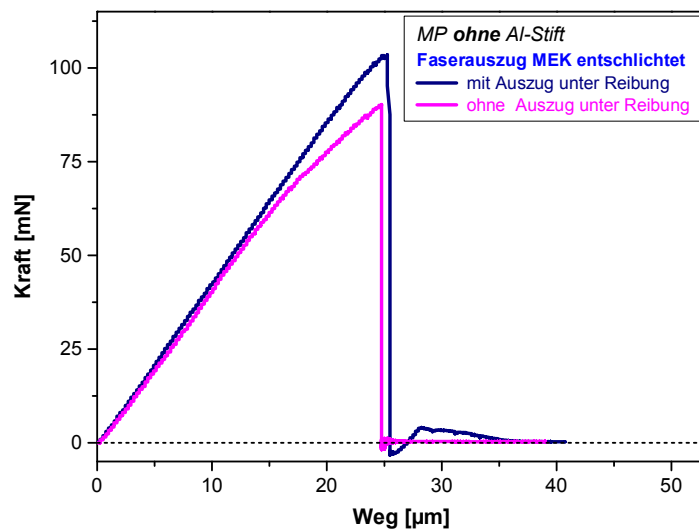
Die thermische Behandlung bei 1200 °C verbrennt die komplette Schlichte [136]. Die C-Faser löst sich unter der Zugbeanspruchung unabhängig von der Einbettlänge frühzeitig von dem Matrixmaterial ab.  $d(F_{max})$  ist zwar kleiner als die Einbettlänge, jedoch ist die im Gesamtsystem gespeicherte elastische Energie (vor allem durch die vorhandenen Druckspannungen) so groß, dass die C-Faser erneut aus dem Tropfen springt. Die ausgezogene freie Faserlänge liegt leicht gekrümmt auf dem Tropfen auf (siehe Abbildung 4 - 41), da sie größer als der Abstand des PEEK-Zugstabes zur Tropfenoberfläche ist.



**Abbildung 4 - 41:** Faserauszug einer thermisch entschlichteten HTA-Faser zum Zeitpunkt der vollständigen Ablösung

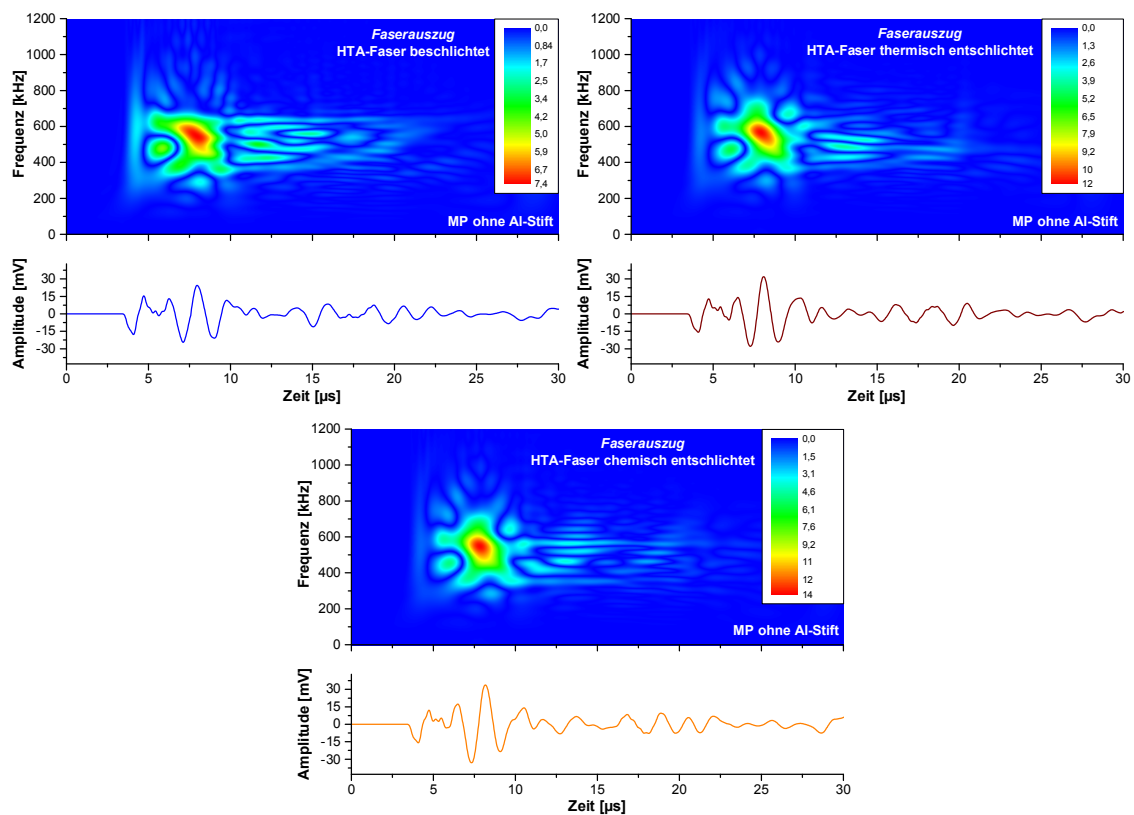
Wird die Zugprüfung fortgesetzt und der Abstand vergrößert, so schlüpft das freie Faserende zurück in den Tropfen. Die C-Faser wird unter Reibung herausgezogen, wobei die Reibungskräfte linear abnehmen (siehe Abbildung 4 - 40, rechts).

Die chemische Behandlung der HTA-Fasern mit MEK entfernt die auf der Oberfläche befindliche Schlichte nahezu vollständig [136]. Es lassen sich aber immer wieder vereinzelt Schlichtereste auf der behandelten C-Faser finden. Die Traversenposition ist zum Zeitpunkt des Faserauszugs mit der Einbettlänge vergleichbar. Es können daher für chemisch entschlichtete HTA-Fasern beide charakteristischen Kraft-Weg-Kurven beobachtet werden (siehe Abbildung 4 - 42). Bei der geringeren Einbettlänge (magenta-farbene Messkurve) von circa 25 µm ist kein Auszug unter einer induzierten Gleitreibung zu messen, da sich die C-Faser nach dem Ablösen von der Matrix bereits sprunghaft von der Tropfenoberfläche entfernt hat. Im Fall der anderen Messung (Einbettlänge circa 35 µm) hat die Faser-Matrix-Anbindung ebenfalls nach einem Traversenweg von ungefähr 25 µm versagt. Die um 10 µm größere Einbettlänge sorgt dafür, dass die auf dem Tropfen gekrümmt aufliegende C-Faser in den in der Matrix verbleibenden Auszugszylinder zurückgeht und das letzte Stück unter Reibung ausgezogen wird. Die mechanischen Versuchsreihen unter Variation der Beschichtung zeigen, dass die Faser-Matrix-Anbindung direkt mit der Oberflächenbeschaffenheit der HTA-Fasern korreliert.



**Abbildung 4 - 42:** Vergleich der Kraft-Weg-Kurven zweier Faserauszüge mit variierenden Einbettlängen jeweils chemisch entschlichteter HTA-Fasern an der MP (ohne Aluminiumstift)

Parallel zur mechanischen Prüfung wurde das Faser-Matrix-Debonding samt Pull-Out mit Hilfe der SE-Analyse erfasst. Unabhängig von der Oberflächenbehandlung der C-Faser wurde immer nur ein akustisches Signal detektiert. Die zugehörigen Choi-Williams-Darstellungen sind in Abbildung 4 - 43 gezeigt.

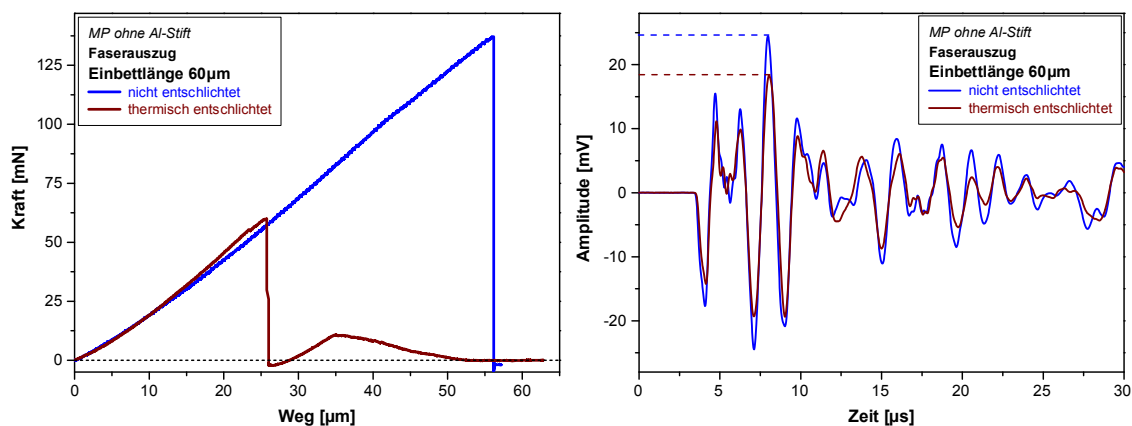


**Abbildung 4 - 43:** Choi-Williams-Darstellungen der SE-Signale des Faserauszugs an der MP für unterschiedlich be- und entschlichtete HTA-Fasern bei vergleichbaren Einbettlängen

Die SE-Signale besitzen die gleichen charakteristischen Merkmale, so dass auch die Intensitätsverteilung im Frequenzband kaum Unterschiede aufweist.

Der Verlauf des Risswachstums zeigt anhand der REM-Aufnahmen aus Abbildung 4 - 39 deutliche Unterschiede, welche offensichtlich auf den zeitlichen Verlauf der SE-Signale oder deren zugehörigen Frequenzgehalt keine Auswirkungen haben.

Eine unterschiedliche Oberflächenzusammensetzung der HTA-Faser beeinflusst aber auf jeden Fall die Faser-Matrix-Anbindung. Die Stärke der Faser-Matrix-Anbindung korreliert mit der maximalen Versagenskraft der Zugbeanspruchung und folglich direkt mit der Amplitude des akustischen Signals. Dies ist in Abbildung 4 - 44 beispielhaft an einem Vergleich je einer Messung einer nicht entschlichteten und thermisch entschlichteten HTA-Faser zu betrachten. Beide Fasern wurden mit 60  $\mu\text{m}$  in etwa gleich weit eingebettet.



**Abbildung 4 - 44:** Vergleich der Kraft-Weg-Kurven (links) und zugehörigen SE-Signale im Zeitraum eines Faserauszugs (rechts) für eine beschlichtete und thermisch entschlichtete Faser bei einer vergleichbaren Einbettlänge an der MP

Die Faser-Matrix-Anbindung versagt bei der thermisch entschlichteten HTA-Faser deutlich früher als die der beschichteten, was in den Kraft-Weg-Kurven deutlich zu erkennen ist. Diese Unterschiede lassen sich in den Maximalamplituden der akustischen Signale wiederfinden.

Die verstärkte Grenzflächenfestigkeit einer beschichteten HTA-Faser im Vergleich zu einer unbeschichteten kann mit Hilfe einer mechanischen sowie einer optischen Charakterisierung gezeigt werden. Die SE-Analyse zeigt im Hinblick auf eine variierende Faseroberfläche bei einem Pull-Out als Schadensmechanismus im Zeitraum Unterschiede auf, während im Frequenzraum keine Veränderungen mit dieser Analyse-methode dargestellt werden können.



---

## 4.3 Variation der Härtegrade des Epoxidharzes

In diesem Kapitel wurde die Faser-Matrix-Anbindung gezielt variiert, indem durch unterschiedliche RTM6-Härtegrade das Aushärteverhalten des Epoxidharzes erheblich verändert wurde. In Kapitel 2.1.2 wurde ausführlich beschrieben, dass die Glasübergangstemperatur des Systems von dem sich ausbildenden Härtegrad abhängig ist (siehe Abbildung 2 - 6). Für das RTM6 ermittelten Moosburger et al. [28] einen Grenzbereich innerhalb der Aushärtegrade (74 %-79 %), ab dem die Glasübergangstemperatur von der Aushärtetemperatur übertroffen wird. Tritt der Zustand der Verglasung ein, so verändert sich der Reaktionsmechanismus von einem chemisch kinetisch-kontrollierten zu einem diffusions-kontrollierten. Die Verglasung tritt damit entweder erst nach dem Abkühlen oder bereits während des Aushärteprozesses ein.

Die Teilaushärtegrade des RTM6 werden so gewählt, dass beide Arten der Vernetzung und damit unterschiedliche Interphasen realisiert werden können. Die Temperatur und Prozessdauer des Aushärtezyklus kann sowohl an der MP als auch am Aushärteofen für die Einzelfaserfragmentierungsproben exakt eingestellt werden, so dass beide mikromechanische Prüfmethoden mit teilausgehärteten RTM6-Proben durchgeführt werden können. RTM6 bleibt bei der Faserfragmentierung ein ungeeigneter Partner für eine HTA-Faser. Die Druckspannungen in der C-Faser sind aufgrund der hohen Aushärtetemperaturen so dominant, dass die C-Fasern bis zum makroskopischen Versagen der Fragmentierungsproben nicht brechen. Eine Untersuchung der Faser-Matrix-Anbindung kann daher erneut nur anhand von Auszugsversuchen an der MP stattfinden.

Nach den Einzelfaserauszugstests wurden die ausgehärteten RTM6-Tropfen mechanisch von dem Aluminiumblock gelöst. Mit Hilfe eines Phoenix Differentialkalorimeters (Abk.: DSC, Typ 204F1 der Firma Netzsch) wurden die Aushärtegrade der RTM6-Tropfen berechnet. Der Aushärtegrad  $\alpha$  wurde durch folgende Gleichung bestimmt:

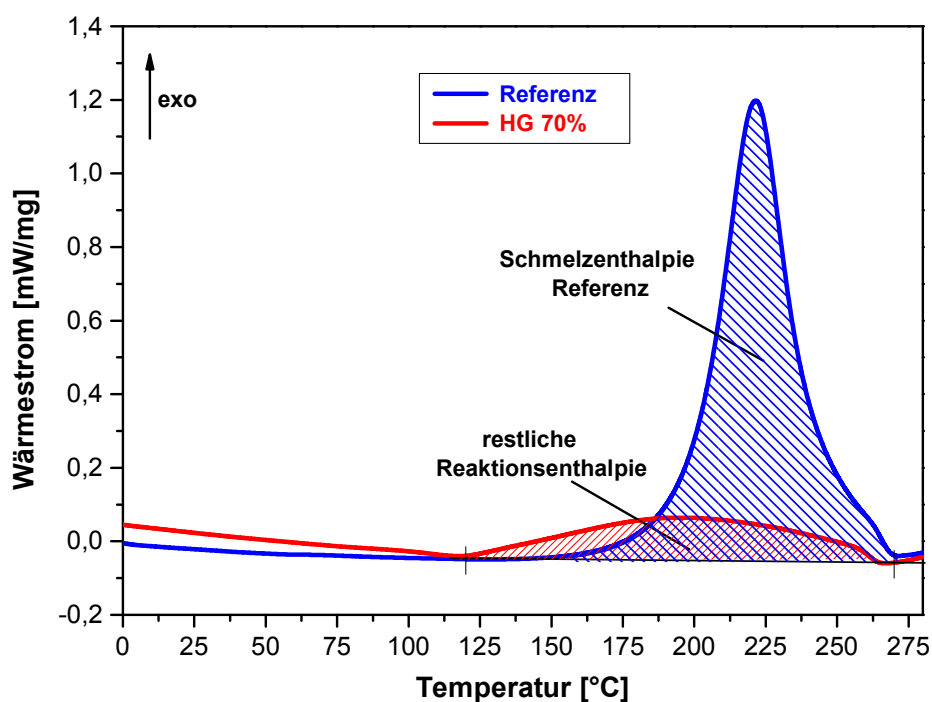
$$\alpha = 1 - \frac{\Delta H_R}{\Delta H_T} \quad (4-31)$$

$\Delta H_R$ : restliche Reaktionsenthalpie des ausgehärteten Harztropfens

$\Delta H_T$ : Schmelzenthalpie des nicht ausgehärteten Harzes

Zur Bestimmung der nötigen Parameter wurde die in der DSC platzierte Epoxidharzmenge mit einer Heizrampe von 5 °C/min bis zu einer maximalen Temperatur von 290 °C aufgeheizt. Die jeweilige Reaktionsenthalpie wird aus den aufgenommenen Wärmefluss-Kurven berechnet, indem die Fläche des exothermen Reaktionspeaks ermittelt wird. Die Grenzen für die Flächenauswertung sind den jeweiligen Härtegraden

angepasst. Im Fall der beispielhaften Wärmeflusskurve einer bis zu 70 % ausgehärteten RTM6-Probe (siehe Abbildung 4 - 45) wurden die Temperaturgrenzen 120 °C und 270 °C verwendet und die ermittelte restliche Reaktionsenthalpie der Probe im Verhältnis zur Schmelzenthalpie einer nicht ausgehärteten RTM6-Probe gesetzt. Die Baseline wurde linear gewählt.



**Abbildung 4 - 45:** DSC-Kurven einer nicht ausgehärteten RTM6-Probe (Referenz) und einer Probe mit einem Härtegrad von 70 % mit gekennzeichneten Schmelz- bzw. verbleibender Reaktionsenthalpie

Die Glasübergangstemperatur wird aus dem Mittelpunkt der endothermen Verschiebung des umgekehrten Wärmeflusses der modulierten DSC-Kurve bestimmt. Das Harzsystem geht von einem verglasten in einen gummiartigen Zustand über. Für jeden Härtegrad wurden drei RTM6-Tropfen ausgewertet. Die Ergebnisse sind in Tabelle 4 - 7 dargestellt.

	Glasübergangs- temperatur [°C]	Härtegrad [%]
HG 100 % - Messung 1	209,5	94,69
HG 100 % - Messung 2	209,9	95,26
HG 100 % - Messung 3	209,3	94,77
HG 80 % - Messung 1	140,1	81,36
HG 80 % - Messung 2	143,1	80,52
HG 80 % - Messung 3	143,0	80,75
HG 70 % - Messung 1	118,9	74,46
HG 70 % - Messung 2	121,7	75,13
HG 70 % - Messung 3	121,7	75,36
HG 60 % - Messung 1	98,45	66,36
HG 60 % - Messung 2	96,38	65,23
HG 60 % - Messung 3	95,21	66,16

	60 %	70 %	80 %	100 %
Härtegrad [%]	65,92 ± 0,60	74,99 ± 0,47	80,88 ± 0,43	94,91 ± 0,31
Glasübergangs- temperatur [°C]	96,7 ± 1,6	120,8 ± 1,6	142,1 ± 1,7	209,6 ± 0,3

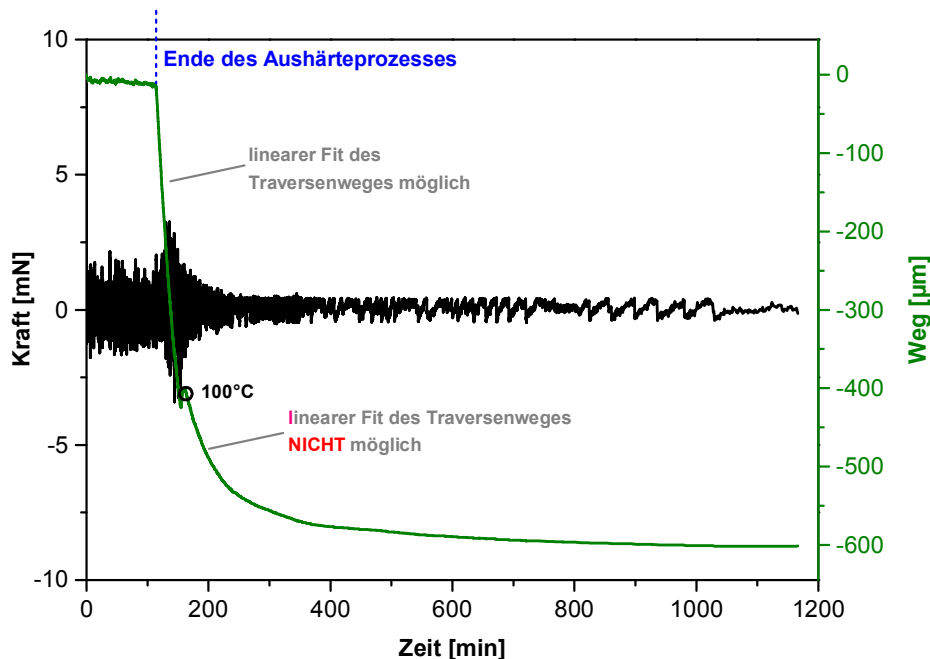
**Tabelle 4 - 7:** Ergebnisse von Härtegrad und Glasübergangstemperatur der hergestellten RTM6-Tropfen in der MP

Die DSC-Ergebnisse zeigen, dass sich die gewünschten Härtegrade (60 %, 70 %, 80 % und 100 %) in der MP sehr gut und reproduzierbar herstellen lassen. Die Glasübergangstemperatur eines duromeren Polymers steht analog zu Ergebnissen aus [28] in direkter Verbindung zum Härtegrad, da bei einem hohen Vernetzungsgrad mehr Energie für die Molekularbewegung benötigt wird.

Bei den Härtegraden 80 % und 100 % liegt die Glasübergangstemperatur oberhalb der Aushärtetemperatur. Es setzt bereits während dem Aushärtezyklus eine Verglasung des Matrixmaterials ein. Die C-Faser bindet schon vor dem Ende des Aushärtezyklus sehr gut an die Matrix an. Dies ist daran erkennbar, dass sich ab diesem Zeitpunkt Zugspannungen an der C-Faser bildeten, die ein Resultat der Schrumpfung des Matrixmaterials waren. Das RTM6-Volumen verkleinerte sich und hat an der bereits angebundenen C-Faser gezogen. Daher musste bei diesen beiden Härtegraden die Kraftregelung der Prüfmaschine zum Zeitpunkt einer merklichen Anbindung gestartet werden, um vor dem eigentlichen Pull-Out-Versuch Schädigungen im Filament oder an der Faser-Matrix-Grenzfläche zu unterbinden.

Bei den 70 %-Härtegraden liegt die Glasübergangstemperatur knapp unterhalb der Aushärtetemperatur. Erst mit dem Ende des 120 min andauernden Aushärteprozesses

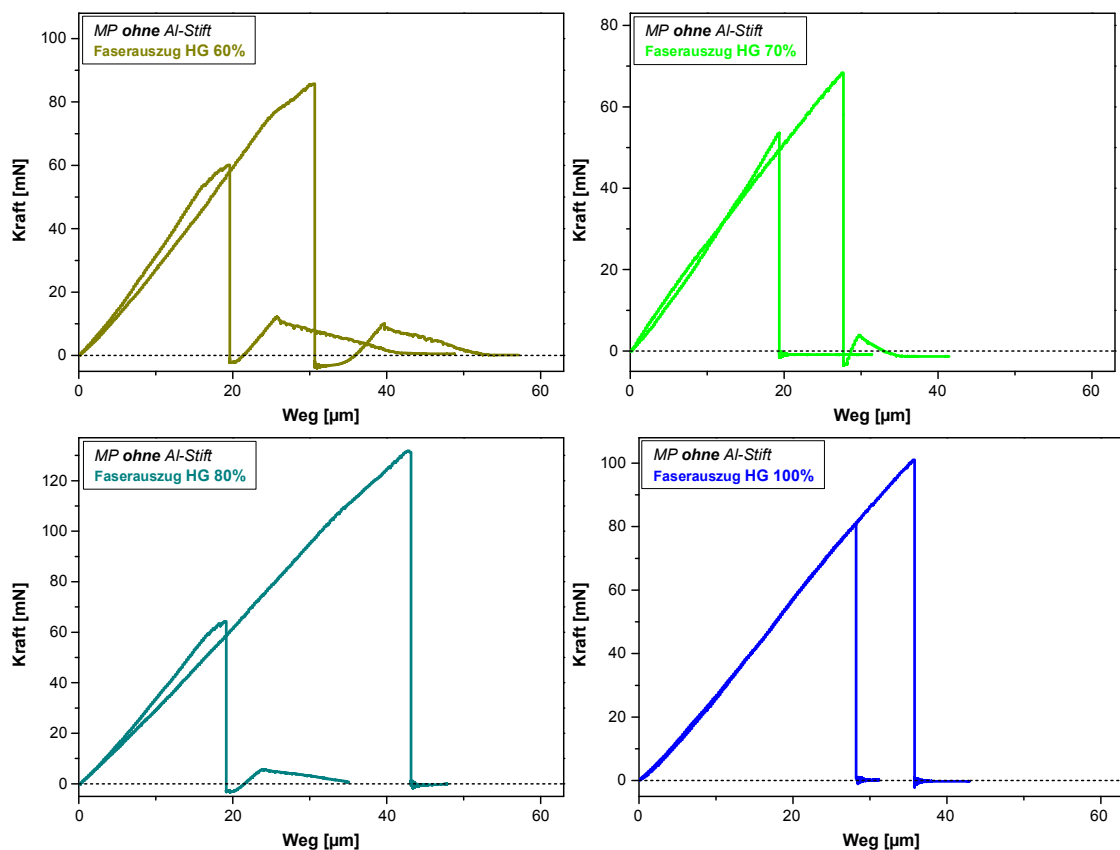
war die Faser-Matrix-Anbindung stark genug, dass sich die Schrumpfung des Epoxidharzes durch die entstehenden Zugkräfte bemerkbar machte. Bei den 60 %-Proben ist die Aushärtedauer so kurz, dass die Glasübergangstemperatur weit unter der Aushärtetemperatur bleibt. Gegen Ende des Aushärteprozesses liegt ein gummielastischer Zustand vor. In diesem wurde die C-Faser nicht ausreichend an die Matrix gebunden, so dass die C-Faser immer noch aus der Matrix schlüpfen konnte. Kühlt der experimentelle Aufbau ab, so gleichen sich die beiden Temperaturen immer mehr an und es kommt zur Verglasung und Anbindung. Es ist daher essentiell, die Traverse der Prüfmaschine zu Beginn der Abkühlung so lange manuell zu verfahren, bis die Faser-Matrix-Anbindung stark genug ist und die Kraftregelung aktiviert werden kann. Hierzu wurde der zurückgelegte Traversenweg in der gemessenen Abkühlkurve eines 80 %-Aushärtegrades linear angefittet, da die Temperatur des experimentellen Aufbaus der Regeltemperatur direkt im Anschluss an den Aushärteprozess (Kühlrate: 2 °C/min) folgen kann (siehe Abbildung 4 - 46). Die Traversenposition musste mit 7,4 µm/s verfahren werden, um dem Zusammenziehen der Komponenten der MP entgegenzuwirken.



**Abbildung 4 - 46:** Abkühlkurve einer 80 %-Probe in der MP mit Kennzeichnung der linearen Fitmöglichkeit des Traversenwegs

Ab einer Temperatur von 100 °C kühlt der Aufbau langsamer als die eingesetzte Kühlrampe ab, so dass ein linearer Fit des Traversenwegs nicht mehr möglich ist. In den Proben mit einem Härtegrad von 60 % hat die C-Faser im linearen Bereich angebonden, so dass auch das Modell eines reinen chemisch kinetisch-kontrollierten Reaktionsmechanismus analysiert werden konnte.

In Abbildung 4 - 47 sind beispielhafte Kraft-Weg-Diagramme des Einzelfaserauszugs für verschiedene Härtegrade zu sehen. Generell hat die Messreihe gezeigt, dass die Maximalkraft beim vollständigen Ablösen der HTA-Faser von der Matrix mit zunehmendem Härtegrad ansteigt. Die Vernetzung ist bei den hohen Aushärtegraden deutlich ausgeprägter, so dass die Faser-Matrix-Anbindung erst bei hohen Kräften versagt und die C-Faser ausgezogen wird. Beim Betrachten der Maximalkraft der einzelnen Messkurven muss berücksichtigt werden, dass die Einbettlängen nach dem Aushärtprozess sehr unterschiedlich gewählt wurden. Der Verlauf der Kurven ist mit den Ergebnissen der be- und entschlichteten HTA-Fasern vergleichbar.

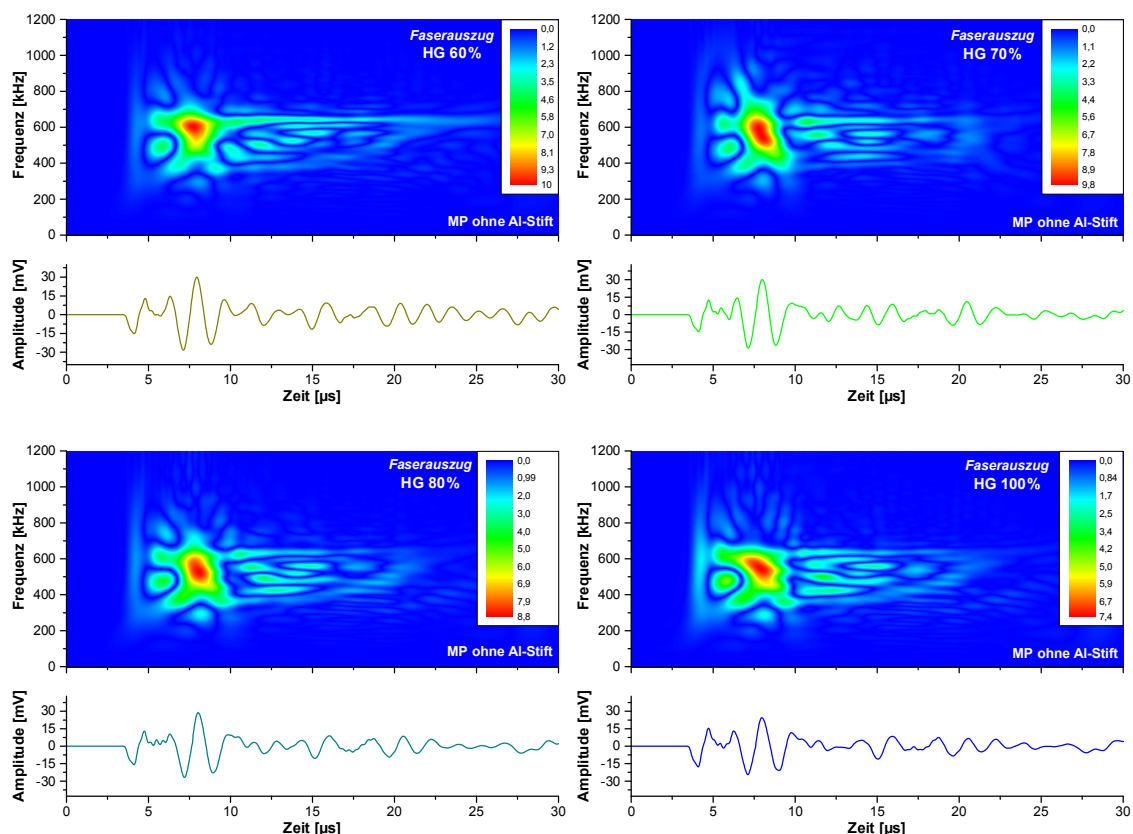


**Abbildung 4 - 47:** Kraft-Weg-Kurven des Faserauszugs an der MP für unterschiedliche RTM6-Härtegrade (ohne Aluminiumstift)

Liegt eine starke Interphase vor (100 %-Härtegrad), so hat die Traverse der Prüfmaschine bereits vor dem Versagen einen Weg zurückgelegt, der größer ist als die Einbettlänge. Daher schlüpft die C-Faser nach dem Ablösen von der Matrix vollständig aus dem RTM6-Tropfen heraus und es kann kein Auszug unter Reibung beobachtet werden. Die Proben mit einem 70 %- und 80 %-Härtegrad liegen in Bezug auf den Reaktionsmechanismus der Vernetzungsreaktion in näherer Umgebung des Übergangsbereichs. Die Traversenposition ist zum Zeitpunkt des Faserauszugs mit der Einbettlänge vergleichbar. Es können daher beide charakteristischen Kraft-Weg-Kurven beo-

bachtet werden, wobei in Abbildung 4 - 47 eine Messung von jedem Verhalten für beide Härtegrade dargestellt ist. Eine 60 %-Aushärtung sorgt für ein frühzeitiges Ablösen der C-Faser. Aufgrund des federähnlichen Verhaltens springt die C-Faser aus dem Harztropfen. Die ausgezogene freie Faserlänge liegt, vergleichbar mit den Pull-Out-Versuchen mit einer entschlichteten HTA-Faser, leicht gekrümmt auf dem Tropfen auf, da sie größer als der Abstand des PEEK-Zugstabes zur Tropfenoberfläche ist. Wird die Zugprüfung fortgesetzt und der Abstand vergrößert, so schlüpft das freie Faserende zurück in den Tropfen. Die C-Faser wird unter Reibung herausgezogen, wobei die Reibungskräfte linear abnehmen. Die mechanischen Versuchsreihen zeigen, dass die Faser-Matrix-Anbindung direkt mit dem Aushärtegrad korreliert.

Jede Messung des Einzelfaserauszugs wurde erneut durch die Aufzeichnung der generierten Schallemission begleitet. Auch in diesem Fall wurde lediglich ein akustisches Signal registriert. Die zugehörigen Choi-Williams-Darstellungen sind in Abbildung 4 - 48 aufgezeigt.



**Abbildung 4 - 48:** Choi-Williams-Darstellungen der SE-Signale des Faserauszugs an der MP für unterschiedliche RTM6-Härtegrade

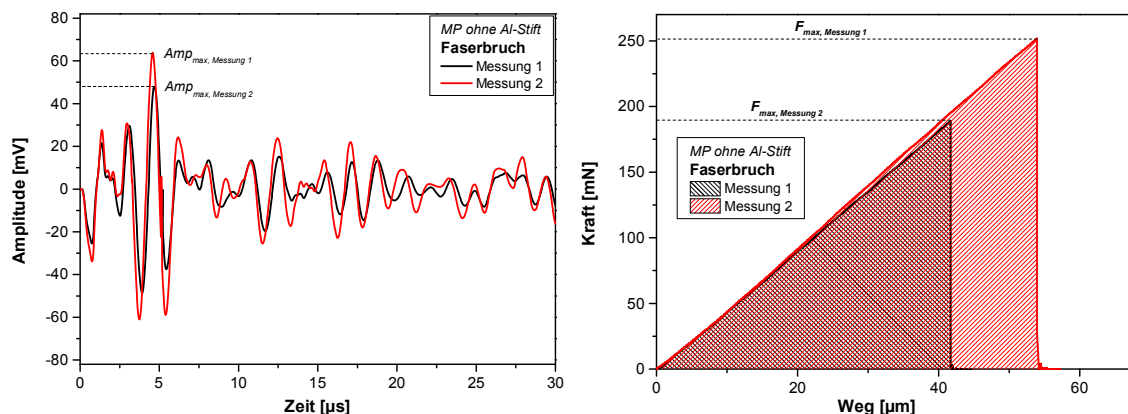
Die SE-Signale weisen kaum Unterschiede auf, so dass auch die Frequenzverteilung nahezu identisch erscheint. Führt man sich in Erinnerung, dass sogar Faserbruch und Faserauszug dieselben charakteristischen Merkmale aufweisen, scheint das nicht wei-

ter verwunderlich. Lediglich die Amplitude der Signale sinkt wie erwartet in Richtung der niedrigeren Härtegrade ab. Die Teilaushärtegrade entstehen durch zum Teil unterschiedliche Reaktionsmechanismen. Je kleiner die Aushärtegrade vorliegen, desto spröder verhält sich das Epoxidharz. Rissentstehung und -ausbreitung sollten sich somit deutlich unterscheiden. Das SE-Signal scheint jedoch nur geringfügig von der Rissentstehung und -ausbreitung beeinflusst zu werden und wird vom Fasersprung nach dem Loslösen von der Matrix dominiert. Tritt die Rissentstehung und Teile des Wachstums vor Erreichen der Maximalkraft auf, wird die Sensibilitätsschwelle des SE-Equipments nicht überschritten.

## 4.4 Abhängigkeit der Schallemissionsamplitude von der mechanischen Kraft

Die Untersuchungen aus den Kapiteln 4.1 - 4.3 haben aufgezeigt, dass der Amplitudenverlauf des akustischen Signals sowohl von der Art der Schädigung (Faserbruch, Faserauszug, Matrixriss) als auch der Beschaffenheit der Interphase abhängig ist. Die Stärke der Interphase wurde durch eine Oberflächenmodifikation der HTA-Fasern (Entschlichtung) oder eine Variation des Polymer-Härtegrades gezielt verändert.

In diesem Kapitel soll der physikalische Zusammenhang zwischen der Amplitude des SE-Signals und der mechanischen Kraft der akustischen Signalquelle genauer analysiert werden. Hierzu wird der Parameter der Maximalamplitude aus der SE-Messung ( $Amp_{max}$ ) direkt mit dem Parameter der maximalen Versagenskraft aus der mechanischen Zugprüfung ( $F_{max}$ ) korreliert. Die kritischen Parameter sind beispielhaft in den jeweiligen Diagrammen zweier gemessener Faserbrüche in Abbildung 4 - 49 gekennzeichnet:

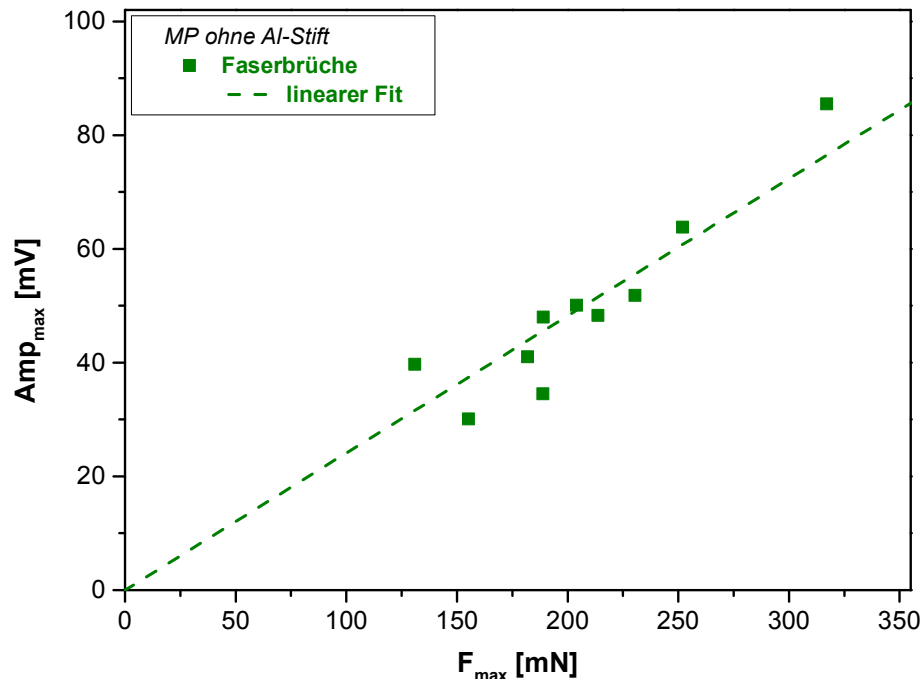


**Abbildung 4 - 49:** Kennzeichnung der verwendeten Parameter für die Darstellung des physikalischen Zusammenhangs der SE-Amplitude von der mechanischen Kraft am Beispiel zweier erzeugter Faserbrüche (links: SE-Signale; rechts: Kraft-Weg-Diagramme der mechanischen Prüfung)

Sowohl die akustischen Signale als auch die Kraft-Weg-Diagramme der beiden Faserbrüche zeigen das gleiche charakteristische Verhalten. Lediglich die Amplituden der SE-Signale variieren aufgrund der unterschiedlich hohen Versagenskräfte der Zugbeanspruchung. Die Maximalamplituden aus den einzelnen SE-Messungen ( $Amp_{max}$ ) wurden für alle drei Schadensmechanismen über den entsprechenden maximalen Versagenskräften aus der mechanischen Zugprüfung ( $F_{max}$ ) aufgetragen.



In Abbildung 4 - 50 ist das Ergebnis für die erzeugten Faserbrüche an der MP (ohne Aluminiumstift) zu sehen.

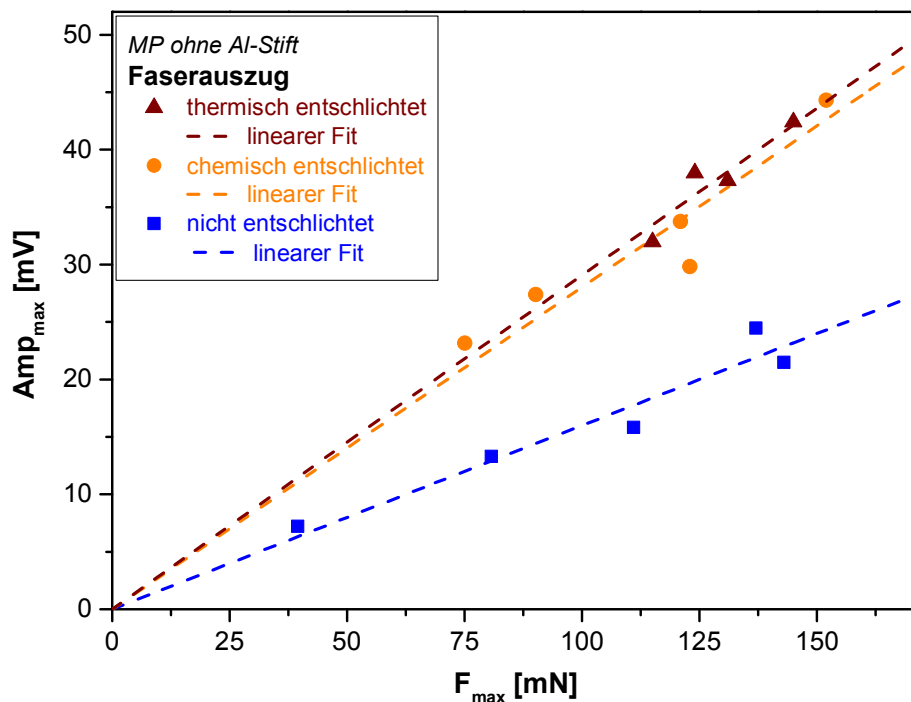


**Abbildung 4 - 50:** Abhängigkeit der maximalen SE-Amplitude von der Bruchkraft der verwendeten HTA-Fasern in der MP ohne Aluminium-Stift

Es ist eine lineare Abhängigkeit der maximalen SE-Amplitude von der Bruchkraft der HTA-Faser erkennbar, deren Verlauf durch den Ursprung des Diagramms erwartet wird. Die Bruchkraft der HTA-Fasern streut aufgrund ihrer Anzahl und Verteilung von Defekten, in diesem Fall vor allem in einem Bereich von 150-250 mN. Wie bereits in Kapitel 2.1.1 erwähnt, hängt die Bruchkraft einer Einzelfaser unter Zugbelastung von der freien Faserlänge ab. Diese wird bei der MP durch den Abstand des PEEK-Zugstabes von dem Polymertropfen festgelegt und beträgt in der Regel ca. 280  $\mu\text{m}$ . Die Streuung der Bruchkräfte könnte möglicherweise mit einer Veränderung der freien Faserlänge variiert werden, auf den linearen Fit würde es keinen Einfluss nehmen. Die Messpunkte sind jedoch durch die intrinsischen Eigenschaften der verwendeten C-Fasern bestimmt, wodurch die Messpunkte nur in einem bestimmten Bereich agglomeriert auftreten.

Der lineare Zusammenhang zwischen der Amplitude des SE-Signals und der mechanischen Kraft der akustischen Signalquelle wird im Folgenden anhand der erzeugten Faserauszüge überprüft. In Abbildung 4 - 51 ist neben der Messreihe von Pull-Outs mit beschichteten HTA-Fasern auch ein Vergleich zu den chemisch und thermisch entschichteten Ergebnissen dargestellt.

Auch bei den Faserauszügen verhält sich die SE-Amplitude direkt proportional zur Kraft bei dem vollständigen Ablösen der C-Faser von der Matrix. Messpunkte bei niedrigen Versagenskräften lassen sich kaum realisieren, da in diesem Fall die SE-Amplitude den Schwellwert der akustischen Messung nicht übersteigt.

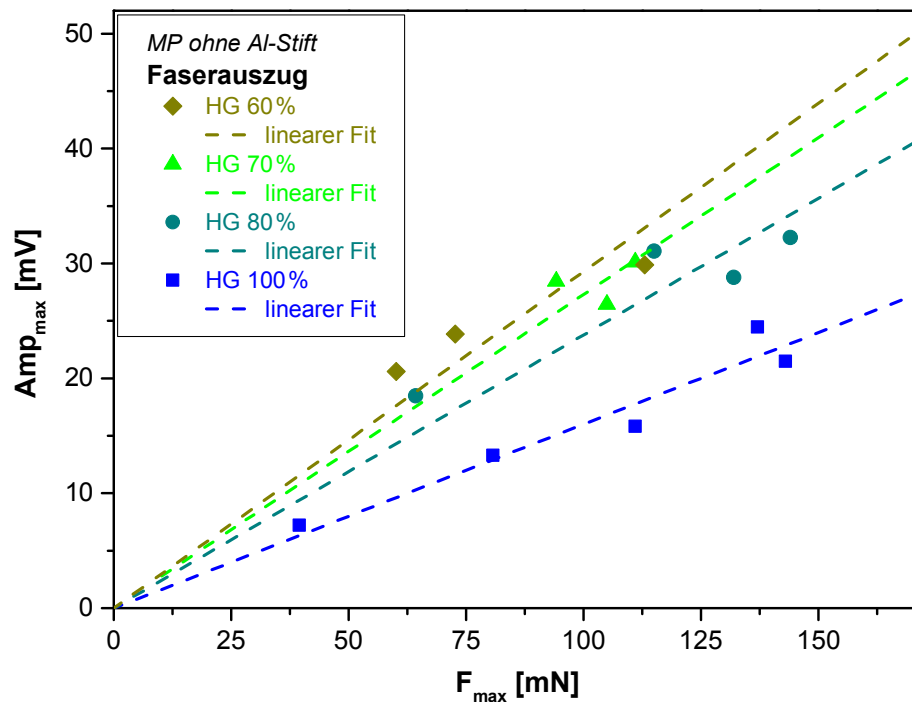


**Abbildung 4 - 51:** Abhängigkeit der maximalen SE-Amplitude von der Versagenskraft der gemessenen Faserauszüge unter Berücksichtigung der chemischen und thermischen Entschlichtung

Aus Abbildung 4 - 51 ist ersichtlich, dass die Auszugsgeraden für die unterschiedlich be- bzw. entschlichteten HTA-Fasern eine unterschiedliche Steigung aufweisen. Bei gleichen Versagenskräften verursacht der Faserauszug einer entschlichteten HTA-Faser eine höhere SE-Amplitude als der Pull-Out einer beschichteten HTA-Faser. Die REM-Aufnahmen aus Kapitel 4.2 haben gezeigt, dass die Faseroberfläche der ausgezogenen C-Faser nach der Entschlichtung weniger rau ist. Folglich sollte die höhere mechanische Reibung beim Auszug einer beschichteten HTA-Faser auch zu einer höheren Amplitude des freigesetzten Signals führen. Das Ergebnis verhält sich jedoch genau entgegengesetzt, was sich durch die in der C-Faser gespeicherte Energie und die Ausbildung einer unterschiedlich starken Interphase erklären lässt. Im Fall von entschlichteten HTA-Fasern muss die Einbettlänge deutlich größer gewählt werden, um eine zur beschichteten HTA-Faser vergleichbare Versagenskraft zu erreichen. Da die in der C-Faser gespeicherte Energie nach dem kompletten Faser-Matrix-Debonding vollständig freigesetzt wird und zusätzlich ein größeres Faservolumen nachschwingt, erhöht sich die SE-Amplitude. Die vergrößerte Einbettlänge hat gemäß den Ergebnis-

sen also einen höheren Einfluss auf die Intensität des SE-Signals als die Rauheit der C-Faser beim Auszug.

Wie in Kapitel 4.3 beschrieben, wurde die Güte der Interphase auch durch die Variation des Härtegrades des Matrixpolymers verändert. In Abbildung 4 - 52 ist das Verhältnis von  $Amp_{max}$  und  $F_{max}$  der bereits diskutierten vollen RTM6-Aushärtung im Vergleich zu den Teilaushärtegraden dargestellt.



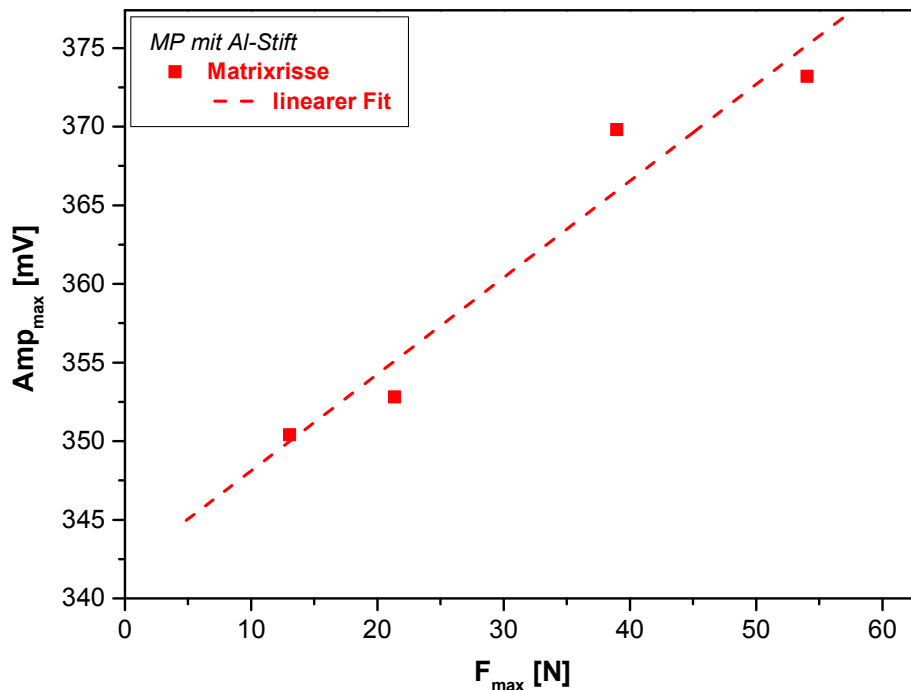
**Abbildung 4 - 52:** Abhängigkeit der maximalen SE-Amplitude von der Versagenskraft der gemessenen Faserauszüge unter Berücksichtigung des Härtegrades der RTM6-Matrix

Die Amplituden der akustischen Signale steigen bei entsprechenden Versagenskräften mit abnehmendem Härtegrad immer weiter an. Die Begründung liefert analog zu den Auszugsmessungen mit unterschiedlich oberflächenmodifizierten HTA-Fasern die Stärke der Interphase. Die Faser-Matrix-Anbindung wird durch die Reduzierung der Aushärtetemperatur auf 135 °C erheblich geschwächt, indem sich das dreidimensionale Netzwerk nur noch teilweise ausbilden kann. Bei den Teilaushärtegraden müssen daher auch größere Einbettlängen gewählt werden, um die Versagenskräfte von Faserauszügen einer 100%-Aushärtung zu erreichen. Die dadurch ansteigenden SE-Amplituden sorgen für einen immer steileren linearen Zusammenhang.

Die Werte unter den einzelnen Teilaushärtegraden streuen auch in den Bereich der anderen hinein. So liegt die Hälfte der 80 %-Messpunkte im linearen Fitbereich der Härtegrade von 60 % und 70 %. Der veränderte Reaktionsmechanismus (chemisch kinetisch-kontrolliert oder diffusions-kontrolliert) hat demnach für die Anbindung bei den

Faserauszugsexperimenten und auch die SE-Analyse eine vernachlässigbare Auswirkung.

Matrixrisse konnten an der MP nur mit Aluminiumstift realisiert werden. Die verjüngten RTM6-Probenkörper versagen in Abhängigkeit ihres Durchmessers bei unterschiedlichen Bruchkräften. Betrachtet man deren Verhältnis zu den freigesetzten SE-Amplituden, so kann erneut von einer direkten Proportionalität gesprochen werden.



**Abbildung 4 - 53:** Abhängigkeit der maximalen SE-Amplitude von der Bruchkraft der erzeugten Matrixrisse in der MP mit Aluminium-Stift

Der erwartete Verlauf durch den Ursprung der Auftragung bleibt jedoch aus. In Kapitel 4.1.1 wurde bereits erläutert, dass das freigesetzte Signal eines Matrixrisses bereits vor der Vorverstärkung zu laut ist, um sinnvoll abgebildet werden zu können. Der Vorverstärker arbeitet aufgrund einer zu hohen Eingangsspannung in seinem Sättigungsbereich, wodurch das Ausgangssignal abgeschnitten und verzerrt vorliegt. Folglich unterscheiden sich die Maximalamplituden im Vergleich zu den mechanischen Bruchkräften der einzelnen Matrixrisse kaum, so dass das lineare Verhalten deutlich vom Nullpunkt abweicht. Lediglich die Tendenz der Amplituden bleibt gemäß Abbildung 4 - 53 innerhalb der erzeugten Matrixrisse erhalten.

Ergebnisse von Bohse [137] zeigen, dass zwischen der SE-Energie und dem mikro-mechanischen Energieumsatz ebenfalls eine lineare Abhängigkeit vorliegt. Einzelfaserbruchtests an Glasfasern und Einzelfaserauszugsversuche von Glasfasern aus einer Polycarbonat-Matrix zeigen eine schöne lineare Korrelation.

## 5. ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK

Ziel der vorliegenden Arbeit war die systematische Untersuchung von verschiedenen mikroskopischen Schadensmechanismen in faserverstärkten Kunststoffen unter Verwendung einer HTA-Kohlenstofffaser und dem duromeren Matrixsystem RTM6. Die verschiedenen Schädigungen wurden einzeln in einer speziell aufgebauten mikromechanischen Prüfvorrichtung (MP) erzeugt und mit Hilfe der Schallemissionsanalyse (SE-Analyse) als zerstörungsfreie Prüfmethode untersucht. Die Charakterisierung der SE-Signale erfolgte sowohl im Zeit- als auch im Frequenzraum.

Die Wechselwirkung zwischen Faser und Matrix ist ein entscheidender Faktor für die mechanischen Eigenschaften des Faserverbundwerkstoffes. Die verschiedenen Einflüsse auf die Faser-Matrix-Anbindung wurden mit Hilfe von Einzelfaserauszugstests genauer analysiert. Neben dem chemischen und thermischen Abtrag der Beschichtung der verwendeten HTA-Fasern wurden auch die morphologischen Zustände des Harzsystems in Abhängigkeit von der Aushärtedauer bei konstanter Aushärtetemperatur verändert, wodurch sich die physikalischen Eigenschaften des RTM6 erheblich ändern.

Außerdem wurde mit dem Einzelfaserfragmentierungstest eine bekannte mikromechanische Prüfmethode eingesetzt. Im Gegensatz zur MP treten hier verschiedene Schadensmechanismen parallel auf. Eine Quantifizierung der Schädigungen erfolgte unter Anwendung der Mustererkennung auf die lokalisierten SE-Signale. In diesem Abschnitt werden die experimentellen Ergebnisse der beiden Versuche, welche in dieser Arbeit ausführlich beschrieben sind, noch einmal zusammengefasst.

### **Mikromechanische Prüfvorrichtung**

Im Rahmen dieser Arbeit wurde eine spezielle MP entworfen und erfolgreich umgesetzt. Im Unterschied zu bekannten mikromechanischen Prüfmethoden können mit dieser Apparatur verschiedene Schadensmechanismen in Faserverbundwerkstoffen gezielt und einzeln auf mikromechanischer Ebene präpariert werden. Neben einem Faserbruch wurde auch die Probenpräparation für einen Faserauszug (samt Faser-Matrix-Debonding) sowie einen Matrixriss erfolgreich realisiert. Die Modellverbunde wurden in der MP unter den Bedingungen einer reproduzierbaren Fasereinbettlänge und eines reproduzierbar einstellbaren Aushärtezyklus des verwendeten Matrixmaterials RTM6 hergestellt. Die Einbettlänge der HTA-Faser bestimmt die Größe der Faser-

Matrix-Anbindung und legt damit fest, ob als Ergebnis der Zugprüfung ein Faserbruch (Einbettlänge: 120  $\mu\text{m}$ ) oder ein Faserauszug (Einbettlänge: 40-60  $\mu\text{m}$ ) auftritt. Die Faser-Matrix-Anbindung kann demzufolge nicht durch eine größere Fasereinbettlänge beliebig erhöht werden.

Der experimentelle Aufbau der MP macht nicht nur die separate mechanische Messung der einzelnen Schadensmechanismen möglich, sondern erlaubt vor allem die Aufzeichnung und Analyse der unter Belastung erzeugten Schallemission. Das Propagationsmedium wurde so dimensioniert, dass der erste Teil der SE-Signale als Volumenwelle reflexionsfrei detektiert werden konnte. Es sind sowohl im Zeit- als auch im Frequenzspektrum Gemeinsamkeiten und Unterschiede festzustellen, die durch eine entsprechende FEM-Simulation belegt werden. Die SE-Signale von Faserbruch und Faserauszug einer beschichteten HTA-Faser zeigen die identischen charakteristischen Merkmale. Das SE-Signal wird durch das beim Versagen zur Schwingung um eine neue Gleichgewichtslage angeregte Volumen und auch die Abstrahlrichtung der Schädigungsart bestimmt. Beides ist für Faserbruch und Faserauszug vergleichbar, wodurch die große Ähnlichkeit beider SE-Signale nachvollziehbar ist. Die berechneten Choi-Williams-Darstellungen belegen das Ergebnis, indem bei beiden Schadensmechanismen die stärkste Intensität im Bereich um 600 kHz liegt. Die Frequenzlage der Faserbrüche zeigt eine sehr gute Übereinstimmung mit bereits durchgeführten makroskopischen Messungen [13, 14]. Die Amplituden der Faserbruchsignale sind durchgehend höher als die Faserauszugs-Amplituden. Während die Amplitude bei den Faserbrüchen aufgrund der natürlichen intrinsischen Defektverteilung Schwankungen ausgesetzt ist, ist die Amplitude der Faserauszüge von der vorliegenden Einbettlänge abhängig. Die Eingangsspannungen der SE-Signale der Matrixrisse liegen aufgrund der hohen Probendurchmesser und der nahezu ungedämpften Wellenausbreitung im Sättigungsbereich des Vorverstärkers. Das Ausgangssignal zeigt viele identische Peakmaxima und liegt abgeschnitten und verzerrt vor. In den Choi-Williams-Darstellungen der Matrixrisse sind bei den aufgezeichneten Signalen ein ausgeprägtes Maximum bei 500 kHz und kaum Intensitäten bei niedrigen Frequenzen zu erkennen.

Eine FEM-Modellierung des Experiments hat gezeigt, dass alle Frequenzgehalte in den Aluminiumblock propagieren und lediglich die Größe der Rissfläche die Wellenlänge und damit die Frequenz der ausgesendeten Schallemission bestimmt. Um eine mögliche Positionsänderung der Frequenzmaxima der SE-Signale in Abhängigkeit von der Rissfläche zu analysieren, wurde in weiterführenden Untersuchungen gezielt die Geometrie der Tropfenform erhöht und mit Hilfe eines Druckversuches die Matrix geschädigt. Erreichen die erzeugten Rissflächen eine Länge von ungefähr 3 mm bei einer Tiefe von maximal 0,3 mm, so verschieben sich die Intensitätsmaxima der akustischen Signale zu niedrigeren Frequenzen.

Zusätzlich wurde anhand von Faserauszugsexperimenten an der MP gezeigt, dass sowohl die Entschlichtung der HTA-Faser als auch die Veränderung des Aushärtepro-

---

zesses unter Verwendung von Teilaushärtegraden des RTM6 die Faser-Matrix-Anbindung erheblich schwächen. In den Kraft-Weg-Diagrammen ist der Unterschied in der Grenzflächenanbindung deutlich zu erkennen, die SE-Signale zeigen jedoch sowohl im Zeit- als auch im Frequenzraum vergleichbare charakteristische Merkmale. Eine optische Betrachtung der ausgezogenen Faserfläche macht deutlich, dass aufgrund der verbliebenen Matrixreste und der Oberflächenstruktur der C-Faser bei gleichen Aushärtegraden Rückschlüsse auf die Oberflächenbehandlung der C-Fasern gezogen werden können.

Außerdem wurde der physikalische Zusammenhang zwischen der SE-Amplitude und der mechanischen Kraft genauer analysiert. Es konnte gezeigt werden, dass die Maximalamplitude aus der SE-Messung sowohl für die Faserbrüche als auch die Faserauszüge direkt proportional zu der maximalen Versagenskraft aus der mechanischen Zugprüfung ist. Die Steigungen der Kurven des Faserauszugs variieren bezüglich der Oberflächenbehandlung der HTA-Fasern und der vorliegenden RTM6-Aushärtegrade. Eine schwächere Faser-Matrix-Anbindung setzte in beiden Fällen bei gleichen Versagenskräften ein SE-Signal mit einer höheren SE-Amplitude frei, da die Einbettlänge der HTA-Faser für das Erreichen der gleichen Versagenskraft wesentlich größer war.

In den verschiedensten Messungen wurde bisher immer eine HTA-Kohlenstofffaser mit dem duromeren Matrixsystem RTM6 erfolgreich kombiniert. Die Umsetzung der MP hat jedoch ein deutlich größeres Potential. So können auch verschiedenste andere Faser-Matrix-Kombinationen, Oberflächenbehandlungen von Fasern und auch Aushärtezyklen von Matrixsystemen untersucht werden, vor allem auch mit Hilfe der SE-Analyse. Im Fall von Matrixrissen unter Zugbelastung kann durch eine geeignete Oberflächenbehandlung versucht werden, eine Erhöhung der Adhäsion des Matrixmaterials zu den Kontaktflächen des PEEK-Zugstabes oder des Aluminiumblockes zu erreichen und damit ein reines Matrixversagen bei sehr kleinen Probenverjüngungen zu realisieren. Auf diese Weise könnten die Frequenzanteile des zugehörigen SE-Signals in Abhängigkeit der Rissfläche eines Matrixrisses exakt analysiert werden. Alternativ könnte die Rissfläche, welche durch eine mechanische Druckbelastung im Matrixtropfen generiert wird, auch im Anschluss mit Hilfe einer Röntgen-Computertomographie des Matrixmaterials bestimmt werden.

### **Einzelfaserfragmentierungstest**

Während der Zugbelastung der knochenförmigen Einzelfaserfragmentierungsproben wurden Schubspannungen von der Matrix auf eine in axialer Richtung eingebettete HTA-Faser übertragen und die erzeugten SE-Signale von zwei auf den Proben positionierten Breitbandsensoren detektiert und aufgezeichnet.

Eine exakte FEM-Abbildung des Experiments zeigte, dass sich aufgrund des negativen Wärmeausdehnungskoeffizienten der HTA-Fasern in Faserrichtung während eines

thermischen Aushärtprozesses Druckspannungen aufbauen. Aushärtetemperaturen über 100 °C verhindern demnach eine Faserfragmentierung vor dem makroskopischen Bruch der verjüngten Probe. Die Ergebnisse der Einzelfaserfragmentierungstests auf Basis einer RTM6-Matrix belegen diese Berechnung. Ein Brechen der C-Faser konnte sowohl optisch als auch durch die detektierten SE-Signale ausgeschlossen werden.

Um das Fragmentierungsverhalten in Abhängigkeit von den Aushärtetemperaturen detaillierter zu untersuchen, wurden zwei weitere duromere Harzsysteme (Epofix, Epikote) verwendet, die bei Raumtemperatur und 60 °C bzw. 80 °C aushärten. Die Einzelfaserfragmentierung verlief erfolgreich, wobei man in den Experimenten nicht den Sättigungsbereich der Faserfragmentierung erreichte. In einer weiteren Analyse wurden die lokalisierten SE-Signale unter Verwendung des Mustererkennungsverfahrens in drei Klassen aufgeteilt, die den Versagensmechanismen Faserbruch, Faser-Matrix-Debonding und Matrixriss entsprachen. Die Signalklassen ließen sich gut voneinander unterscheiden, wobei die Verteilung im Frequenzraum sehr gut mit bereits durchgeführten Prüfungen an anderen makroskopischen Proben übereinstimmt.

Die erzielten Ergebnisse zeigen sehr schön die Möglichkeiten des Einzelfaserfragmentierungstests, wenn er von einer SE-Analyse begleitet wird. Allerdings ist der Einsatz dieser mikromechanischen Prüfmethode aufgrund des negativen Ausdehnungskoeffizienten der C-Fasern in Faserrichtung auf verschiedene Faser-Matrix-Kombinationen beschränkt. Bisherige Veränderung der Probengeometrie (Länge, Breite, Dicke, Länge des verjüngten Bereiches) konnten die erzeugten Druckspannungen in der C-Faser nur im geringen Maße reduzieren. Eventuell könnte durch eine geeignetere Wahl der Probenmaße eine erfolgreiche Faserfragmentierung bei höheren Aushärtetemperaturen erreicht werden. Außerdem wäre es ein großer Fortschritt, wenn durch eine verbesserte Probenherstellung eine sättigende Faserfragmentierung erreicht werden könnte. In diesem Fall könnte über die kritische Faserfragmentlänge eine Abschätzung der interlaminaren Scherfestigkeit getroffen werden. Zusätzlich könnten die Fasern mit einem fluoreszierenden Material beschichtet werden, so dass auftretende Schädigungen an der Faser unter Verwendung der Fluoreszenzmikroskopie wesentlich deutlicher dargestellt werden.



# LITERATURVERZEICHNIS

- [1] Pressemitteilung Composites Europe, *Composites-Innovationen für die Windkraftbranche / Rotorblätter im Visier der Großkonzerne*, 25.07.2013
- [2] E. Witten, T. Krauss, M. Kühnel, *Marktentwicklungen, Trends, Ausblicke und Herausforderungen*, Composites Marktbericht 2014, 2014
- [3] H. Eickenbusch, O. Krauss, *Kurzanalyse Nr. 3: Kohlenstofffaserverstärkte Kunststoffe im Fahrzeugbau - Ressourceneffizienz und Technologien*, VDI Zentrum Ressourceneffizienz, 2014
- [4] C. U. Grosse, M. Ohtsu, *Acoustic Emission Testing - Basics for Research - Applications in Civil Engineering*, Springer, 2008
- [5] J. Bohse, J. H. Chen, A. J. Brunner, *Acoustic Emission Analysis and Micro-Mechanical Interpretation of Mode I Fracture Toughness Tests on Composite Materials*; *Fracture of Polymers and Composites and Adhesives* **27**, 15-26, 2000
- [6] M. G. R. Sause, A. Gribov, A. R. Unwin, S. Horn, *Pattern Recognition Approach to Identify Natural Clusters of Acoustic Emission Signals*, *Pattern Recognition Letters* **33**, 17-23, 2012
- [7] P. J. de Groot, P. A. M. Wijnen, R. B. F. Janssen, *Real-Time Frequency Determination of Acoustic Emission for Different Fracture Mechanisms in Carbon/Epoxy Composites*, *Composites Science and Technology* **55**, 405-412, 1995
- [8] A. Anastassopoulos, D. Kouroussis, A. Tsimogiannis, *Unsupervised Classification of Acoustic Emission Sources from Aerial Man Lift Devices*, *Envirocoustics*, 1-7, 2007
- [9] M. G. R. Sause, S. Horn, M. Klug, J. Scholler, *Anwendung von Mustererkennungsverfahren zur Schadensanalyse in faserverstärkten Kunststoffen*, Deutsche Gesellschaft für Zerstörungsfreie Prüfung DGZfP, 17. Kolloquium Schallemission, 2009
- [10] J. Bohse, *Acoustic emission examination of polymer-matrix composites*, *Journal of Acoustic Emission* **22**, 208-223, 2004
- [11] F. R. Jones, *A Review of Interphase Formation and Design in Fiber-reinforced Composites*, *Journal of Adhesion Science and Technology* **24**, 171-202, 2010

- [12] S. F. Zhandarov, E. V. Pisanova, *The local bond strength and its determination by fragmentation and pull-out tests*, Composites Science and Technology **57**, 957-964, 1997
- [13] M. G. R. Sause, *Identification of Failure Mechanisms in Hybrid Materials Utilizing Pattern Recognition Techniques Applied to Acoustic Emission Signals*, Dissertation Universität Augsburg, 2010
- [14] A. Monden, *Anwendung von Mustererkennungsverfahren in der Schallemissionsanalyse von CFK-Proben zur Identifikation von Schadensmechanismen*, Masterarbeit Universität Augsburg, 2010
- [15] G. Ehrenstein, *Faserverbund-Kunststoffe: Werkstoffe - Verarbeitung - Eigenschaften*, Carl-Hanser-Verlag, 2006
- [16] E. Fitzer, A. K. Fiedler, D. J. Müller, *Zur Herstellung von Kohlenstoff-Fasern mit hohem Elastizitätsmodul und hoher Festigkeit*, Chemie Ingenieur Technik **43**, 923-931, 1971
- [17] P. Morgan, *Carbon Fibers and their Composites*, Taylor & Francis Group, 2005
- [18] T. Ramanathan, A. Bismarck, E. Schulz, K. Subramanian, *Investigation of the influence of acidic and basic surface groups on carbon fibers on the interfacial shear strength in an epoxy matrix by means of single-fiber pull-out test*, Composites Science and Technology **61**, 599-605, 2001
- [19] J. Rösler, H. Harders, M. Bäker, *Mechanical Behaviour of Engineering Materials: Metals, Ceramics, Polymers and Composites*, Springer, 2007
- [20] Z. Wu, C. U. Pittman, *Nitric Acid Oxidation of Carbon Fibers and the Effects of Subsequent Treatment in Refluxing Aqueous NaOH*, Carbon **33**, 597-605, 1995
- [21] L. T. Drzal, M. J. Rich, M. F. Koenig, P. F. Lloyd, *Adhesion of Graphite Fibers to Epoxy Matrices: II. The Effect of Fiber Finish*, Journal of Adhesion **16**, 133-152, 1983
- [22] H. Schürmann, *Konstruieren mit Faser-Kunststoff-Verbunden*, Springer, 2008
- [23] K. L. Pickering, T. L. Murray, *Weak link scaling analysis of high-strength carbon fiber*, Composites Part A **30**, 1017-1021, 1999
- [24] M. Holst, *Reaktionsschwindung von Epoxidharzsystemen*, Dissertation Universität Darmstadt, 2001
- [25] R. Janda, *Kunststoffverbundsysteme Grundlagen, Anwendung, Verarbeitung, Prüfung*, VCH Verlagsgesellschaft GmbH, 1990
- [26] Hexcel Composites, Sicherheitsdatenblatt RTM6, 2003
- [27] G. J. Appleby-Thomas, P. J. Hazell, C. Stennett, *The Variation in Lateral and Longitudinal Stress Gauge Response within an RTM6 Epoxy Resin Under One-dimensional Shock Loading*, Journal of Material Science **44**, 6187-6198, 2009
- [28] J. Moosburger-Will, M. Greisel, M. G. R. Sause, R. Horny, S. Horn, *Influence of Partial Cross-linking Degree on Basic Physical Properties of RTM6 Epoxy Resin*, Journal of Applied Polymer Science **130**, 4338-4346, 2013

- 
- [29] J. B. Enns, J. K. Gillham, *Time-Temperature-Transformation (TTC) Cure Diagram: Modeling the Cure Behavior of Thermosets*, Journal of Applied Polymer Science **28**, 2567-2591, 1983
- [30] M. T. Aronhime, J. K. Gillham, *Time-Temperature-Transformation (TTC) Cure Diagram of Thermosetting Polymeric Systems*, Springer, 1986
- [31] K. E. Lüttgert, R. Bonart, *Untersuchung der Aushärtung von Epoxidharzen*, Colloid and Polymer Science **254(3)**, 308-312, 1976
- [32] J. P. Pascault, R. J. J. Williams, *Glass Transition Temperature Versus Conversion Relationships for Thermosetting Polymers*, Journal of Polymer Science: Part B: Polymer Physics **28**, 85-95, 1990
- [33] L. H. Sharpe, *The Interphase in Adhesion*, Journal of Adhesion **4**, 51-64, 1972
- [34] Y. Yao, S. Chen, P. Chen, *The effect of a graded interphase on the mechanism of stress transfer in a fiber-reinforced composite*, Mechanics of Material **58**, 35-54, 2013
- [35] B. Zhang, B. Q. Gu, *The Effect of interphase Modulus and Thickness on Stress Transfer of Short-Fiber-Reinforced Composites*, Applied Mechanics and Materials **55-57**, 303-307, 2011
- [36] J. D. H. Hughes, *The Carbon Fiber/Epoxy Interface - A Review*, Composites Science and Technology **41**, 13-45, 1991
- [37] J. Jancar, *Review of the role of the Interphase in the control of composite performance on micro- and nano-length scales*, Journal of Materials Science **43**, 6747-6757, 2008
- [38] J. G. Williams, M. E. Donnellan, M. R. James, W. L. Morris, *Properties of the Interphase in organic matrix Composites*, Materials Science and Engineering: A **126**, 305-312, 1990
- [39] L. T. Drzal, *The Interphase in Epoxy Composites*, Advances in Polymer Science **75**, 1-32, 1986
- [40] F. R. Jones, *A Review of Interphase Formation and Design in Fiber-reinforced Composites*, Journal of Adhesion Science and Technology **24**, 171-202, 2010
- [41] L.-G. Tang, J. L. Kardos, *A Review of Methods for Improving the Interfacial Adhesion Between Carbon Fiber and Polymer Matrix*, Polymer Composites **18**, 100-113, 1997
- [42] A. Garton, W. T. K. Stevenson, S. P. Wang, *The Crosslinking of Epoxy Resins at Interfaces. V. Amine-cured resins at carbon and graphite surfaces*, Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry **26**, 1377-1391, 1988
- [43] N. R. Sottos, R. L. McCullough, W. R. Scott, *The Influence of Interphase Regions on local Thermal Displacements in Composites*, Composites Science and Technology **44**, 319-332, 1992
- [44] G. R. Palmese, R. L. McCullough, *Effect of epoxy-amine stoichiometry on cured resin material properties*, Journal of Applied Polymer Science **46**, 1863-1873, 1992

- [45] M. Munz, *Zur nanomechanischen Charakterisierung der Interphase verstärkter Polymere*, Forschungsbericht Bundesamt für Materialforschung und -prüfung, 2002
- [46] A. Puck, *Festigkeitsanalyse von Faser-Matrix-Laminaten*, Hanser, 1996
- [47] M. G. R. Sause, S. Horn, *Simulation of Acoustic Emission in Planar Carbon Fiber Reinforced Plastic Specimens*, Journal of Nondestructive Evaluation **29**, 123-142, 2010
- [48] M. Narkis, J. H. Chen, *Review of Methods for Characterization of Interfacial Fiber-Matrix Interactions*, Polymer Composites **9**, 245-251, 1988
- [49] P. J. Herrera-Franco, L. T. Drzal, *Comparison of Methods for the Measurement of fiber/matrix Adhesion in Composites*, Composites **23**, 2-27, 1992
- [50] H. L. Cox, *The Elasticity and Strength of Paper and Other Fibrous Materials*, British Journal of Applied Physics **3**, 1952
- [51] G. Stelzer, *Zum Faser- und Eigenschaftsabbau bei Verarbeitung und Recycling diskontinuierlich faserverstärkter Kunststoffe*, Dissertation Universität Kaiserslautern, 2002
- [52] J. A. Nairn, *On the Use of Shear-Lag Methods for Analysis of Stress Transfer in Unidirectional Composites*, Mechanics of Materials **26**, 63-80, 1997
- [53] A. Nayfeh, *Thermomechanically Induced Interfacial Stresses in Fibrous Composites*, Fibre Science and Technology **10**, 195-209, 1977
- [54] A. Kelly, W. R. Tyson, *Tensile Properties of Fibre-reinforced Metals: Copper/Tungsten and Copper/Molybdenum*, Journal of the Mechanics and Physics of Solids **13**, 329-350, 1965
- [55] R. D. Cordes, I. M. Daniel, *Determination of Interfacial Properties from Observations of Progressive Fiber Debonding and Pullout*, Composites Engineering **5**, 633-648, 1995
- [56] E. Laukmanis, *Charakterisierung der Einzelfaserfragmentierung mit Hilfe der Schallemissionsanalyse*, Masterarbeit Universität Augsburg, 2014
- [57] W. A. Fraser, F. H. Ancker, A. T. Benedetto, B. Elbirli, *Evaluation of Surface Treatments for Fibers in Composite Materials*, Polymer Composites **4**, 238-248, 1983
- [58] R. B. Henstenburg, S. L. Phoenix, *Interfacial Shear Strength Studies Using the Single-Filament-Composite Test. Part II: A Probability Model and Monte Carlo Simulation*, Polymer Composites **10**, 389-408, 1989
- [59] M. J. Pitkethly et al., *A Round-robin Programme on Interfacial Test Methods*, Composites Science and Technology **48**, 205-214, 1993
- [60] D. B. Marshall, *An Indentation Method for Measuring Matrix-Fiber Frictional Stresses in Ceramic Composites*, Journal of the American Ceramic Society **67**, C259-C260, 1984
- [61] C. DiFrancia, T. C. Ward, R. O. Claus, *The Single-Fiber pull-out test. 1: Review and interpretation*, Composites: Part A **27**, 597-612, 1996

- 
- [62] S. Feih, K. Wonsyld, D. Mainzari, P. Westermann, H. Lilholt, *Testing Procedure for the Single Fiber Fragmentation Test*, Riso Report, 2004
- [63] A. Hampe, G. Kalinka, S. Meretz, E. Schulz, *An Advanced Equipment for Single-Fibre Pull-out Test Designed to Monitor the Fracture Process*, Composites **26**, 40-46, 1995
- [64] P. S. Chua, M. R. Piggott, *The Glass Fibre-Polymer Interface: I-Theoretical Consideration for Single Fibre Pull-out Tests*, Composites Science and Technology **22**, 33-42, 1985
- [65] E. Mäder, K-H. Freitag, *Interface Properties and their Influence on Short Fibre Composites*, Composites **21**, 397-402, 1990
- [66] R. A. Nordstrom, *Acoustic Emission Characterization of Microstructural Failure in the Single Fiber Fragmentation Test*, Bericht Eidgenössische Materialprüfungs- und Forschungsanstalt, 1996
- [67] G. Kalinka, A. Leistner, A. Hampe, *Characterization of the fiber/matrix Interface in reinforced polymers by the push-in technique*, Composites Science and Technology **57**, 845-851, 1997
- [68] A. Netravali, D. Stone, S. Ruoff, L. T. T. Topoleski, *Continuous Microindenter Push-through Technique for Measuring Interfacial Shear Strength of Fiber Composites*, Composites Science and Technology **34**, 289-303, 1989
- [69] W. M. Müller, J. Moosburger-Will, M. G. R. Sause, S. Horn, *Microscopic analysis of single-fiber push-out tests on ceramic matrix composites performed with Berkovich and flat-end indenter and evaluation of interfacial fracture toughness*, Journal of the European Ceramic Society **33**, 441-451, 2013
- [70] M. Greisel, J. Jäger, J. Moosburger-Will, M. G. R. Sause, W. M. Müller, S. Horn, *Influence of residual thermal stress in carbon fiber-reinforced thermoplastic composites on interfacial fracture toughness evaluated by cyclic single-fiber push-out tests*, Composites: Part A **66**, 117-127, 2014
- [71] C. B. Scruby, *An Introduction to Acoustic Emission*, Journal of Physics E: Scientific Instruments **20**, 946-953, 1987
- [72] M. Joswig, *Wissenbasierte Erdbebenerkennung mit Sonogrammen als mentalen Bildern*, Springer, Berlin 1990
- [73] A. Nair, C. C. Cai, *Acoustic Emission Monitoring of Bridges: Review and case Studies*, Engineering Structures **32**, 1704-1714, 2010
- [74] J. Czochralski, *Die Metallographie des Zinns und die Theorie der Formänderung bildsamer Metalle*, Metall und Erz **3**, 381-393, 1916
- [75] J. Kaiser, *Untersuchungen über das Auftreten von Geräuschen beim Zugversuch*, Dissertation TH München, 1950
- [76] P. Tscheliesnig, G. Schauritsch, *Erfahrungen und Weiterentwicklung bei der Prüfung von kleinen Lagerbehältern mittels Schallemissionsprüfung*, 11. Kolloquium Schallemission: Statusberichte zur Entwicklung und Anwendung der Schallemissionsanalyse, 99-105, 1997

- [77] M. Huang, L. Jiang, P. K. Liaw, C. R. Brooks, R. Seeley, D. L. Klarstrom, *Using Acoustic Emission in Fatigue and Fracture Materials Research*, Journal of the Minerals, Metals & Materials Society **50**, 1-14, 1998
- [78] V. Hänel, W. Thelen, *Determination of Load Condition of Standard Screws During Tensile Tests Using Acoustic Emission Analysis*, IEEE Instrumentation and Measurement Technology Conference **44**, 284-287, 1995
- [79] C. K. Fang, E. Kannatey-Asibu, J. R. Barber, *Far-Field Initial Response of Acoustic Emission from Cracking in a Weldment*, Journal of Manufacturing Science and Engineering **119**, 281-289, 1997
- [80] N. F. Casey, P. A. A. Laura, *A Review of the Acoustic Emission Monitoring of Wire Rope*, Ocean Engineering **24**, 935-947, 1997
- [81] L. B. Freund, *The Initial Wave Front Emitted by a Suddenly Extending Crack in an Elastic Solid*, Journal of Applied Mechanics **39**, 601-602, 1972
- [82] K. Aki, P. G. Richards, *Quantitative Seismology: Theory and Methods*, WH Freeman and Company, San Francisco, 1980
- [83] M. Ohtsu, *Source Mechanism and Waveform Analysis of Acoustic Emission in Concrete*, Journal of Acoustic Emission **2**, 103-112, 1982
- [84] M. Ohtsu, K. Ono, *A generalized theory of acoustic emission and Green's function in a half space*, Journal of Acoustic Emission **3**, 27-40, 1984
- [85] C. B. Scruby, H. N. G. Wadley, J. J. Hill, *Dynamic Elastic Displacements at the Surface of an Elastic Half-Space due to Defect Sources*, Journal of Physics D: Applied Physics **16**, 1069-1083, 1983
- [86] M. Ohtsu, *Acoustic Emission Theory for Moment Tensor Analysis*, Research in Nondestructive Evaluation **6**, 169-184, 1995
- [87] K. F. Graff, *Wave Motion in Elastic Solids*, Oxford University Press, 1975
- [88] J. Krautkrämer, H. Krautkrämer, *Werkstoffprüfung mit Ultraschall*, Springer, 1986
- [89] B. A. Auld, *Acoustic Fields and Waves in Solids Volume 1*, Krieger Publishing Company, Malabar, 1990
- [90] J. L. Rose, *Ultrasonic Waves in Solid Media*, Cambridge University Press, 1999
- [91] L. Rayleigh, *On Waves Propagated along the Plane Surface of an Elastic Solid*, Proceedings of the London Mathematical Society **1-17**, 4-11, 1885
- [92] H. Lamb, *On Waves in an Elastic Plate*; Proceedings of the Royal Society of London, Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character **93**, 114-128, 1917
- [93] M. A. Hamstad, A. O'Gallagher, J. Gary, *A Wavelet Transform Applied to Acoustic Emission Signals: Part 1: Source Identification*, Journal of Acoustic Emission **20**, 39-61, 2002
- [94] R. L. Mehan, J. V. Mullin, *Analysis of Composite Failure Mechanisms Using Acoustic Emissions*, Journal of Composite Materials **5**, 266-269, 1971
- [95] J. H. Kurz, V. Wolter, G. Bahr, M. Motz, *Concepts of Transient Recorder Development for Acoustic Emission Analysis*, Otto-Graf-Journal **14**, 115-130, 2003

- 
- [96] C. U. Grosse, F. Finck, J. H. Kurz, H. W. Reinhardt, *Improvements of AE Technique using Wavelet Algorithms, Coherence Functions and Automatic Data Analysis*, Construction and Building Materials **18**, 203-213, 2004
- [97] C. B. Scruby, *Quantitative Acoustic Emission Techniques*, Nondestructive Testing **8**, 141-210, 1985
- [98] W. Sachse, K. Y. Kim, *Quantitative Acoustic Emission and Failure Mechanics of Composite Materials*, Ultrasonics **25**, 195-203, 1987
- [99] M. Ohtsu, *Source Inversion of Acoustic Emission Waveform*, Structural Engineering/Earthquake Engineering **5**, 275-283, 1988
- [100] C. U. Grosse, *Quantitative zerstörungsfreie Prüfung von Baustoffen mittels Schallemissionsanalyse und Ultraschall*, Dissertation Universität Stuttgart, 1996
- [101] M. G. R. Sause, S. Horn, *Einfluss der Signallaufzeit auf die Unterscheidbarkeit von Schallemissionsquellen in Faserverbundwerkstoffen*, DGZfP 18. Kolloquium Schallemission, 2011
- [102] B. Schechinger, *Schallemissionsanalyse zur Überwachung der Schädigung von Stahlbeton*, Dissertation Universität Karlsruhe, 2005
- [103] M. Giordano, A. Calabro, C. Esposito, A. D'Amore, L. Nicolais, *An Acoustic Emission Characterization of the Failure Modes in Polymer-Composite Materials*, Composites Science and Technology **58**, 1923-1928, 1998
- [104] M. A. Hamstad, *Determination of Arrival Times for Acoustic Emission Source Location in Composites*, 2nd International Symposium on Acoustic Emission from Reinforced Composites, 1986
- [105] L. Geiger, *Herdbestimmung bei Erdbeben aus den Ankunftszeiten*, Nachrichten von der Gesellschaft der Wissenschaften zu Göttingen, Mathematisch-Physikalische Klasse, Heft **1**, 331-349, 1910
- [106] H. Kühnicke, E. Schulze, D. Voigt, *Verbesserte Lokalisation mittels Signalformanalyse*, Deutsche Gesellschaft für Zerstörungsfreie Prüfung DGZfP, 16. Kolloquium Schallemission, 2007
- [107] J. H. Kurz, *Verifikation von Bruchprozessen bei gleichzeitiger Automatisierung der Schallemissionsanalyse an Stahl- und Stahlfaserbeton*, Dissertation Universität Stuttgart, 2006
- [108] H. Akaike, *Markovian Representation of Stochastic Processes and its Application to the Analysis of Autoregressive Moving Average Processes*, Annals of the Institute of Statistical Mathematics **26**, 363-387, 1974
- [109] S. Köppel, *Schallemissionsanalyse zur Untersuchung von Stahlbetontragwerken*, Dissertation Eidgenössische Technische Hochschule Zürich, 2002
- [110] N. N. Hsu, F. R. Breckenridge, *Characterization and Calibration of Acoustic Emission Sensors*, Materials Evaluation **39**, 60-68, 1981

- [111] A. A. Anastassopoulos, D. A. Kouroussis, V. N. Nikolaidis, A. Proust, A. G. Dutton, M. J. Blanch, L. E. Jones, P. Vionis, D. J. Lekou, D. R. V. vanDelft, P. A. Joosse, T. P. Philippidis, T. Kossivas, G. Fernando, *Structural Integrity Evaluation of Wind Turbine Blades using Pattern Recognition Analysis on Acoustic Emission Data*, 25th European Conference on Acoustic Emission Testing, 2002
- [112] T. Tou, *DYNOC - A Dynamic Optimal Cluster-Seeking Technique*, International Journal of Computer and Information Sciences **8**, 541-547, 1979
- [113] D. L. Davies, D. W. Bouldin, *A Cluster Separation Measure*, IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence **1**, 224-227, 1979
- [114] L. Hubert, P. Arabie, *Comparing Partitions*, Journal of Classification **2**, 193-218, 1985
- [115] P. J. Rousseeuw, Silhouettes, *A Graphical Aid to the Interpretation and Validation of Cluster Analysis*, Journal of Computational and Applied Mathematics **20**, 53-65, 1987
- [116] S. Günter, H. Bunke, *Validation Indices for Graph Clustering*, Pattern Recognition Letters **24**, 1107-1113, 2003
- [117] M. G. R. Sause, S. Horn, *Influence of Specimen Geometry on Acoustic Emission Signals in Fiber reinforced Composites: FEM-Simulations and Experiments*, 29th European Conference on Acoustic Emission Testing, 2010
- [118] L. Cohen, *Time-Frequency Distributions - A Review*, Proceedings of the IEEE **77**, 941-981, 1989
- [119] D. T. Barry, *Fast Calculation of the Choi-Williams Frequency-Time Distribution*, IEEE Transactions on Signal Processing **40**, 450-455, 1992
- [120] F. Hlawatsch, T. G. Manickam, R. L. Urbanke, W. Jones, *Smoothed pseudo-Wigner Distribution, Choi-Williams Distribution, and cone-kernel Representation: Ambiguity-domain Analysis and Experimental Comparison*, Signal Processing **43**, 149-168, 1995
- [121] B. Boashash, *Time Frequency Signal Analysis and Processing: A Comprehensive Reference*, Elsevier, 2003
- [122] H. Choi, W. J. Williams, *Improved Time-Frequency Representation of Multi-component Signals Using Exponential Kernels*, IEEE Transactions on Acoustics, Speech, and Signal Processing **37**, 862-871, 1989
- [123] I. Narisawa, H. Oba, *An Evaluation of Acoustic Emission from Fiber-reinforced Composites*, Journal of Materials Science **19**, 1777-1786, 1984
- [124] J. Wolters, *Acoustic Emission Monitoring of Fracture Mechanisms in Short Fiber Reinforced Thermoplastics: Basic Studies on Model Compounds*, ref 13b, 29-36, 1986
- [125] A. N. Netravali, Z.-F. Li, W. Sachse, H. F. Wu, *Determination of Fibre/Matrix Interfacial Shear Strength by an Acoustic Emission Technique*, Journal of Materials Science **26**, 6631-6638, 1991



- 
- [126] J.-M. Park, W.-G. Shin, D.-J. Yoon, *A Study of Interfacial Aspects of Epoxy-based Composites Reinforced with Dual Basalt and SiC Fibres by Means of the Fragmentation and Acoustic Emission Technique*, Composites Science and Technology **59**, 355-370, 1999
- [127] A. Takaku, R. G. C. Arridge, *The Effect of Interfacial Radial and Shear Stress on Fibre Pull-Out in Composite Materials*, Journal of Physics D: Applied Physics **6**, 2038-2047, 1973
- [128] Y.-C. Gao, Y.-W. Mai, B. Cotterell, *Fracture of Fiber Reinforced Materials*, Journal of Applied Mathematics and Physics **39**, 550-572, 1988
- [129] Teijin Toho Tenax, *Produktprogramm und Eigenschaften für Tenax HTA/HTS Filamentgarn*
- [130] W. Haselbach, B. Lauke, *Acoustic Emission of Debonding Between Fibre and Matrix to Evaluate Local Adhesion*, Composite Science and Technology **63**, 2155-2162, 2003
- [131] Struers, Sicherheitsdatenblatt Epofix Resin, 2008
- [132] Struers, Sicherheitsdatenblatt Epofix Hardener, 2008
- [133] Momenitive, Sicherheitsdatenblatt Epikote Resin MGS LR L20, 2012
- [134] Momenitive, Sicherheitsdatenblatt Epikure Curing Agent 960, 2012
- [135] M. G. R. Sause, S. Richler, *Finite Element Modelling of Cracks as Acoustic Emission Sources*, Journal of Nondestructive Evaluation **34**, 1-13, 2015
- [136] M. Bauer, *Untersuchung von plasmabehandelten Carbonfasern mittels Röntgenphotoelektronenspektroskopie*, Masterarbeit Universität Augsburg, 2012
- [137] J. Bohse, *Acoustic emission characteristics of micro-failure processes in polymer blends and composites*, Composite Science and Technology **60**, 1213-1226, 2000



# DANKSAGUNG

Zum Abschluss dieser Arbeit möchte ich mich bei all den vielen Menschen bedanken, die zum Gelingen dieser Dissertation beigetragen haben. Besonders bedanken möchte ich mich bei:

- Herrn Prof. Dr. Siegfried Horn, der mir die Durchführung dieser Arbeit an seinem Lehrstuhl ermöglichte. Für die zahlreichen Diskussionen, in denen er mit seinen Ideen und Ratschlägen sehr zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen hat. Für die Unterstützung dieser Arbeit auch in schwierigen Phasen. Für den großen Freiraum bei der Bearbeitung des interessanten Themas.
- Herrn Prof. Dr. Ferdinand Haider, für die freundliche Übernahme der Zweitkorrektur und die kritische Durchsicht meiner Arbeit.
- Herrn Dr. Markus Sause, für seine große fachliche Unterstützung und die vielen Ideen und Ratschläge, die für die Planung und Umsetzung der experimentellen Aufbauten sehr hilfreich waren, als auch für die Vielzahl an inspirierenden Diskussionen der Messergebnisse, die Durchführung der FEM-Simulationen und für das Korrekturlesen meiner Arbeit.
- Frau Dr. Judith Moosburger-Will für Ihre stets offene Tür und die zahlreichen Ideen und Diskussionen.
- Frau M. Sc. Eva Laukmanis, die durch ihre Masterarbeit zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen hat.
- Den Mitarbeitern der Universität Augsburg: Herrn Dipl. Ing. Stefan Schmidt für seine Hilfestellungen im Bereich der mechanischen Werkstoffprüfung und Grafiken. Herrn M. Sc. Sinan Kalafat für die vielen Diskussionen zum Thema der Schallemissionsanalyse und der Röntgen-CT. Herrn M. Sc. Thomas Guglhör für die Einweisung und Hilfestellungen bezüglich der Röntgen-CT. Herrn M. Sc. Michael Greisel für die Unterstützung bei den DSC-Messungen. Frau M. Sc. Anna Timm für die Durchführung der REM-Messungen. Herrn Dr. Jan Jäger für seine Beiträge zu der Entwicklung der mikromechanischen Prüfmethode des Pull-Outs. Herrn Dr. Robert Horny für seine Unterstützung bezüglich thermischen Fragestellungen.

- Meinen Kollegen am Lehrstuhl für Experimentalphysik II für die freundschaftliche Arbeitsatmosphäre und für ihre Hilfsbereitschaft, besonders Frau M. Sc. Christina Kunzmann, Herrn Dipl. Phys. Ray Frenzel, Herrn M. Sc. Sinan Kalafat, Herrn Dr. Wolfgang Müller, Herrn Dr. Jürgen Mayer, Herrn Dr. Alexandre Abreu, Herrn Dr. Reinhard Langer, Frau Dr. Simone Richler, Frau Sabine Bessel, Frau Katja Ziebeck, Frau Danuta Trojak, Frau Beate Spörhase, Frau Susanne Denzer, Frau Jutta Hampel und Frau Ingrid Zott.
- Der feinmechanischen Werkstatt für die technische Umsetzung der zahlreichen Teile für die verschiedenen Experimente.
- Frau Dr. Simone Richler für das Korrekturlesen meiner Arbeit.
- Meinen ehemaligen Kollegen und Studienkollegen Herrn M. Sc. Andreas Monden, Herrn M. Sc. Michael Kreissle, Herrn Dr. Ralf Kmeth, Herrn M. Sc. Alfred Grieser und Herrn Dipl. Ing. Stefan Schmidt für die aufmunternden, ablenkenden und lustigen Gespräche bei der täglichen Mittagessensrunde.
- Nicht zuletzt danke ich meiner Frau Simone, meinem Sohn Julian und meinen Eltern für ihre stetige Aufmunterung, ihre Unterstützung und ihre große Geduld.

# ZUR PERSON

## Curriculum Vitae

### Zur Person

Name:	Stefan Richler
	Master of Science (in Materialwissenschaften)
Geburtsdatum:	03.11.1983
Geburtsort:	Augsburg

### Wissenschaftlicher Werdegang

Jan. 2010 - Sept. 2015	wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl für Experimentalphysik II, Dissertation bei Prof. Dr. S. Horn
Okt. 2007 - Dez. 2009	englischsprachiges Masterstudium der Materialwissenschaften an der Universität Augsburg, Abschluss zum M. Sc.
Okt. 2004 - Sept. 2007	Bachelorstudium der Materialwissenschaften an der Universität Augsburg, Abschluss zum B. Sc.

### Zivildienst

Okt. 2003 - Juli 2004	Zivildienst in der Sozialstation Mering
-----------------------	---

### Schulbildung

Sept. 1994 - Juli 2003	Gymnasium, Wernher-von-Braun, Abschluss mit allgemeiner Hochschulreife
Sept. 1990 - Juli 1994	Grundschule, Luitpoldschule in Mering